

Mestrado Integrado em Engenharia Química

***Incorporação de Quitosano em Têxteis
Hospitalares Reutilizáveis***

Tese de Mestrado

de

Paula Teixeira

Desenvolvida no âmbito da unidade curricular de Dissertação

realizada no



citeve

Centro Tecnológico das Indústrias
Têxtil e do Vestuário de Portugal

Orientador na FEUP: **Prof. Manuel Fernando Pereira**

Orientador no CITEVE: **Eng. José Morgado**



Universidade do Porto

Faculdade de Engenharia

FEUP

Departamento de Engenharia Química

Julho de 2015

*Para os meus pais,
por serem o meu porto seguro.*

Agradecimentos

Aqui expresso o meu sincero agradecimento pelo apoio prestado na elaboração deste trabalho, sem o qual este não seria possível.

Ao meu orientador, Prof. Fernando Pereira, pela disponibilidade, trabalho, e dedicação demonstrados. Pelo carácter construtivo das suas críticas que guiaram o bom desenvolvimento e foco nos aspetos fundamentais deste trabalho.

Ao meu orientador Eng. José Morgado, ao qual expresso a minha admiração pelas suas capacidades profissionais e humanas, pela sua dedicação na transmissão de conhecimento, disponibilidade, paciência, trabalho e abertura na discussão de questões fundamentais deste trabalho.

À Eng. Cristina Oliveira pela ajuda incansável, orientação, dedicação, paciência e trabalho sempre presentes na elaboração de todo o trabalho realizado nesta instituição.

À Dr. Rosa Maria Silva pela disponibilidade demonstrada para o esclarecimento de dúvidas relativas às metodologias de incorporação de quitosano assim como métodos de deteção da sua presença em substratos têxteis.

Ao Técnico de Tinturaria Manuel Seara, pela dedicação e trabalho na elaboração de amostras e testes de caracterização, assim como o conhecimento transmitido das técnicas de tinturaria.

À Técnica de Confeção Conceição Novais, pelo apoio e trabalho prestado na execução dos protótipos da bata cirúrgica e do lençol antimicrobianos.

À Eng. Graça Bonifácio pelo auxílio prestado na escolha de materiais para a elaboração da bata cirúrgica reutilizável e antimicrobiana.

Ao *Designer* Industrial Flávio Ferreira pela disponibilidade, trabalho e empenho na realização de esquemas e moldes indispensáveis para a ilustração da estrutura trilaminada desenvolvida e para a elaboração da bata cirúrgica reutilizável antimicrobiana.

À Escola Superior de Biotecnologia da Universidade Católica Portuguesa pela disponibilidade na realização de todos os testes microbiológicos necessários para este trabalho.

À unidade de Laboratórios Certificados do CITEVE que desempenharam um papel importantíssimo na caracterização das amostras trilaminadas.

A toda a unidade de Tecnologia e Engenharia do CITEVE, assim como a toda a instituição, pelo acolhimento, simpatia e disponibilidade demonstrados. Em especial aos meus colegas, os quais tive o privilégio de conhecer e de conviver. Obrigado pelo acolhimento, amizade e pelo tempo bem passado.

Resta-me agradecer às pessoas mais importantes da minha vida, os meus pais, a minha irmã e o João, sem as quais nada faria sentido. Tenho por vocês um amor incalculável. Obrigada pelo apoio incondicional.

Um bem haja a todos.

Resumo

Com o propósito de combater as infecções nosocomiais e simultaneamente reduzir o impacto ambiental e económico da utilização de materiais descartáveis, o CITEVE tem vindo a desenvolver dois produtos têxteis antimicrobianos reutilizáveis, uma bata cirúrgica e um lençol de combate à infeção nosocomial. A ação antimicrobiana é proporcionada pelo quitosano, um polissacarídeo derivado da quitina. Este composto destaca-se pelas boas propriedades de biocompatibilidade, biodegradabilidade e não toxicidade, aliadas à capacidade de inibir o crescimento de bactérias, fungos e vírus, incluindo os agentes patogénicos mais agressivos que provocam infeções nosocomiais como MRSA e VRSA.

O lençol foi elaborado recorrendo à metodologia de funcionalização química de estruturas têxteis 100% algodão, por impregnação de uma solução de quitosano. Para o desenvolvimento da bata cirúrgica recorreu-se ao processo de laminagem por *flat bed* com o fim de elaborar uma estrutura têxtil 100% poliéster trilaminada com filme de quitosano, a aplicar nas zonas críticas, onde a probabilidade de contágio é mais elevada.

O objetivo deste trabalho foi o estudo dos processos de incorporação por funcionalização química, analisando a influência de diferentes agentes ligantes, composição de substrato têxtil e tempo de solubilização do quitosano, concluindo na seleção do acabamento com maior atividade antimicrobiana e solidez a ciclos de lavagem. Outro objetivo do trabalho foi o estudo dos parâmetros de laminagem das estruturas trilaminadas têxteis como, material adesivo, tempo, temperatura e pressão utilizados, com o fim de selecionar aqueles que promovem adesividade entre as estruturas. No desenvolvimento de vestuário de proteção, como é o caso da bata cirúrgica reutilizável e antimicrobiana, a avaliação das propriedades de conforto são imperativas, pelo que foi realizada a caracterização destas através de ensaios de resistência térmica e resistência evaporativa

O processo selecionado para a elaboração do lençol consiste na impregnação de um substrato têxtil de composição 100%, com o DMedHEU como agente ligante e com quitosano solubilizado numa hora. Os resultados de atividade antimicrobiana são satisfatórios para as amostras com 5 ciclos de lavagem. Foram elaboradas estruturas trilaminadas com filme de quitosano através da utilização do adesivo em rede com composição EVA. Estas revelam bom comportamento antimicrobiano assim como boas propriedades de resistência térmica e evaporativa.

Palavras Chave: Quitosano, Funcionalização Química e Laminagem

Abstract

With the purpose of fighting nosocomial infections and to simultaneously improve the environmental and economic impact of the use of disposable material, CITEVE has developed two antimicrobial and reusable textiles products, a surgical gown and sheets. The antimicrobial action is provided by chitosan, a polysaccharide derived from chitin. This compound stands out for the good biocompatibility, biodegradability and non-toxicity properties, allied with the capacity to inhibit the growth of bacteria, fungi and viruses, including those who cause more aggressive nosocomial infections as MRSA and VRSA.

The sheets were produced using the chemical functionalization of textile structures made of 100% cotton methodology, with impregnation of a chitosan solution. In the development of the surgical gown it was applied the flat bed laminating process in order to produce a trilaminated textile structure made of 100% polyester with a chitosan film, for application in critical areas where the probability of infection is higher.

The objective of this work was to study the incorporation processes by chemical functionalization, analyzing the influence of different cross-linkers, textile substrate composition and time of solubilization of chitosan, concluding in the selection of finishing with the highest antimicrobial activity and wash resistance. Other objective was the study of the laminating conditions for the trilaminated textile structures, as adhesive material, time, temperature and pressure used, in order to select those who promote adhesion between the structures. In the development of protective clothing, such as antimicrobial and reusable surgical gowns, the evaluation of the comfort properties are mandatory, those were determined using thermal and evaporative resistance tests.

The process selected for the sheet consists in the impregnation of a textile substrate made of 100% cotton, with DMeDHEU as a crosslinker and chitosan solubilized in 1 hour. The results of antimicrobial activity are satisfactory for samples with 5 wash cycles.

The trilaminated textile structures with chitosan film were produced using the web adhesive with EVA composition. These show good antimicrobial behavior as well as good properties of thermal and evaporative resistance.

Keywords: Chitosan, Chemical Functionalization and Laminating.

Declaração

Declara, sob compromisso de honra, que este trabalho é original e que todas as contribuições não originais foram devidamente referenciadas com identificação da fonte.

Paula Pute Albente Pereira

6/Julho/2015

Índice

1	Introdução	1
1.1	Enquadramento e Apresentação do Projeto	1
1.2	Apresentação da Empresa.....	2
1.3	Contributos do Trabalho.....	3
1.4	Organização da Tese.....	4
2	Contexto e Estado da Arte	5
2.1	Setor Têxtil - Desenvolvimento de Têxteis Técnicos.....	5
2.2	Têxteis Hospitalares.....	5
2.2.1	Infeções Nosocomiais.....	6
2.2.2	Microrganismos nos Substratos Têxteis.....	7
2.2.3	Agentes Antimicrobianos	8
2.2.3.1	Quitosano.....	9
2.2.4	Métodos de Incorporação em Substratos Têxteis.....	11
2.2.4.1	Incorporação por Funcionalização Química	11
2.2.4.1.1	Impregnação	12
2.2.4.1.2	Esgotamento.....	14
2.2.4.2	Incorporação por Laminagem	14
3	Materiais e Métodos.....	16
3.1	Preparação de Amostras	16
3.1.1	Incorporação por Funcionalização Química.....	16
3.1.1.1	Impregnação	17
3.1.1.2	Esgotamento.....	19
3.1.2	Incorporação por Laminagem.....	20
3.1.3	Ciclos de Lavagem	25
3.2	Metodologias de Caracterização.....	25
3.2.1	Métodos Qualitativos	26
3.2.1.1	Atividade Antimicrobiana – Difusão em Agar	26

3.2.1.2	Concentração de Grupos Amina Livres – Tingimento com Corante Reativo	27
3.2.2	Métodos Quantitativos	29
3.2.2.1	Atividade Antimicrobiana – Contacto Dinâmico	29
3.2.2.2	Características de Conforto	30
3.2.2.2.1	Resistência Térmica e Evaporativa	30
4	Apresentação e Discussão de Resultados	32
4.1	Incorporação por Funcionalização Química	32
4.1.1	Métodos Qualitativos	32
4.1.1.1	Atividade Antimicrobiana – Difusão em Agar	32
4.1.1.2	Concentração de Grupos Amina – Tingimento com Corante Reativo	34
4.1.2	Métodos Quantitativos	38
4.1.3	Atividade Antimicrobiana – Contacto Dinâmico	39
4.2	Incorporação por Laminagem	40
4.2.1	Seleção do Material Adesivo	40
4.2.2	Métodos Quantitativos	41
4.2.2.1	Atividade Antimicrobiana – Contacto Dinâmico	41
4.2.2.2	Resistência Térmica e Evaporativa	42
5	Conclusões	43
5.1	Objetivos Realizados	43
5.2	Outros Trabalhos Realizados	44
5.3	Limitações e Trabalho Futuro	44
5.4	Apreciação Final	45
6	Referências	46
Anexo I – Têxteis Técnicos		51
Anexo II – Algodão e Poliéster		52
Anexo III – Tratamentos Antimicrobianos		53
Anexo IV – Agente Antimicrobiano e Fibra Têxtil		54
Anexo V – Reação de Reticulação		56
Anexo VI – Preparação de Amostras		58

Anexo VII - Requisitos	60
Anexo VIII – Resultados	64
Anexo IX – Outros Trabalhos Realizados	87
Anexo X – Construção de Protótipos	90

Índice de Figuras

<i>Figura 1: a) Estrutura química da quitina, $\beta(1,4)$-2-acetamida-2-dioxi-D-glicopiranosose. b) Representação química do quitosano, $\beta(1,4)$-2-amónio-2-dioxi-D-glicopiranosose. [30].</i>	10
<i>Figura 2: Representação esquemática das etapas do processo de impregnação.</i>	12
<i>Figura 3: Estrutura química: a) dimetiloldihidroxi etileno ureia, DMDHEU [45]; b) Pentanedial [46]; c) etanedial [47].</i>	13
<i>Figura 4: Estrutura química dimetildihidroxi etileno ureia, DMeDHEU [45].</i>	13
<i>Figura 5: Estrutura do hexametoximetilmelamina, HMMM.</i>	13
<i>Figura 6: Representação de um tecido revestido e de um tecido laminado [60].</i>	14
<i>Figura 7: Foulard Mathis, CITEVE.</i>	18
<i>Figura 8: Secador/vaporizador Wermer Mathis AG, CITEVE.</i>	19
<i>Figura 9: a) Máquina de tingimento laboratorial Mathis Labomat BF A 12, Werner Mathis AG, CITEVE; b) Interior do equipamento; c) Copos de tingimento.</i>	19
<i>Figura 10: Evolução da temperatura vs. tempo no processo de esgotamento.</i>	20
<i>Figura 11: Estrutura têxtil trilaminada utilizada nas zonas críticas da bata cirúrgica.</i>	21
<i>Figura 12: Estratificação sequencial das estruturas têxteis e materiais a laminar.</i>	21
<i>Figura 13: Amostra a laminar e papel de proteção.</i>	22
<i>Figura 14: Prensa pneumática Macpi com controlo de tempo, pressão e temperatura para laminagem, CITEVE.</i>	22
<i>Figura 15: Diferentes tipologias de materiais adesivos: a) Rede; b) Filme; c) Filme perfurado e d) Pontos de cola suportados numa estrutura de papel.</i>	22
<i>Figura 16: Amostras do filme de quitosano desenvolvido para o projeto.</i>	23
<i>Figura 17: Bata cirúrgica desenvolvida com seleção das zonas críticas e implementação de estruturas trilaminadas com quitosano.</i>	24
<i>Figura 18: a) Malha exterior de PES tingida e com acabamento de repelência a líquidos; b) Malha interior de PES</i>	24
<i>Figura 19: Metodologia de Difusão em Agar. a) Esquematização do ensaio; b) Sem atividade antimicrobiana; c) Com atividade antimicrobiana. Adaptado de [66].</i>	27
<i>Figura 20: Estrutura química do corante reativo vermelho 66 [69].</i>	28
<i>Figura 21: Evolução da temperatura vs. tempo no processo de tingimento.</i>	28
<i>Figura 22: Espectroscópio Spectraflash SF450®, CITEVE.</i>	29

<i>Figura 23: Representação esquemática da tecnologia skin model. Adaptado de [6].</i>	31
<i>Figura 24: Valores de K/S registados das amostras impregnadas com quitosano (com 1 h de solubilização) e DMeDHEU e respetiva amostra de controlo, com os tecidos de CO e CO/PES.</i>	34
<i>Figura 25: Variação de K/S - Amostras impregnada - 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	36
<i>Figura 26: Variação de K/S - Amostras impregnada - 1 ciclo de lavagem.</i>	36
<i>Figura 27: Variação de K/S - Amostras de esgotamento - 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	37
<i>Figura 28: Valores de K/S - Amostras de esgotamento - 1 ciclo de lavagem.</i>	37
<i>Figura 29: Amostras de estruturas têxteis trilaminadas. a) Sem adesividade aparente; b) Com adesividade aparente.</i>	41

Índice de Figuras – Anexo II

<i>Figura A II 1: Representação da estrutura química da celulose. Adaptado de [73].</i>	52
<i>Figura A II 2: Representação da estrutura química do poliéster, polietileno tereftalato, PET. Adaptado de [75].</i>	52

Índice de Figuras – Anexo IV

<i>Figura A IV 1: Fibra têxtil com agente antimicrobiano: a) incorporado no interior da fibra; b) aplicado na superfície da fibra; c) ligado quimicamente à fibra [29].</i>	54
---	----

Índice de Figuras – Anexo V

<i>Figura A V 1: Esquematização da reação de reticulação de polímeros celulósicos com ácido glioxílico. Adaptado de [81].</i>	56
<i>Figura A V 2: Descrição do mecanismo de ligação do quitosano à fibra por intermédio do etanedial. a) Etanedial reage com os grupos hidroxilo do quitosano; b) Etanedial reage com os grupos amina do quitosano; c) Um grupo carbonilo do etanedial reage; d) Para valores de pH baixos o quitosano revela ser nucleofílico [71].</i>	57

Índice de Figuras – Anexo VII

<i>Figura A VII 1: Avaliação do conforto de materiais têxteis cirúrgicos consoante tipologias de estruturas e valores de resistência evaporativa [72].</i>	62
--	----

Índice de Figuras – Anexo IX

<i>Figura A IX 1: Ciclo térmico do processo de tingimento da malha de PES para a cor verde. ...</i>	87
<i>Figura A IX 2: Ciclo térmico do processo de tingimento da malha de PES para a cor azul.</i>	88

Índice de Figuras – Anexo X

<i>Figura A X 1: Fase inicial do processo de laminagem da zona crítica frontal – estratificação dos materiais.</i>	<i>90</i>
<i>Figura A X 2: Estratificação completa dos materiais a laminar.</i>	<i>90</i>
<i>Figura A X 3: Painéis frontais trilaminados para proteção na zona crítica frontal da bata.</i>	<i>91</i>
<i>Figura A X 4: Painéis trilaminados para a zona crítica da manga.</i>	<i>91</i>
<i>Figura A X 5: Painéis trilaminados utilizados na construção das mangas.</i>	<i>91</i>
<i>Figura A X 6: União dos painéis trilaminados ao restante material da bata – Costuras seladas para impermeabilização.</i>	<i>92</i>
<i>Figura A X 7: Protótipo da bata cirúrgica reutilizável com destaque das zonas críticas confeccionadas com estruturas têxteis trilaminadas com filme de quitosano.</i>	<i>92</i>
<i>Figura A X 8: Bata cirúrgica reutilizável e antimicrobiana e lençol antimicrobiano desenvolvidos neste projeto.</i>	<i>93</i>

Índice de Tabelas

<i>Tabela 1: Quadro resumo dos compostos antimicrobianos mais utilizados e produtos comerciais [19] [21] [22] [23] [24] [25] [26] [27] [28].</i>	9
<i>Tabela 2: Descrição e especificações do quitosano utilizado.</i>	16
<i>Tabela 3: Descrição do ácido acético utilizado.</i>	17
<i>Tabela 4: Descrição do dimetildihidroxi etileno ureia, DMeDHEU, do etanedial e do hexametoximetilmelamina, HMMM, utilizados.</i>	17
<i>Tabela 5: Condições de operação do foulard - tecido de 100% algodão</i>	18
<i>Tabela 6: Condições de operação do foulard - tecido de mistura algodão e poliéster.</i>	18
<i>Tabela 7: Condições de operação do processo de secagem.</i>	19
<i>Tabela 8: Condições de operação do processo de termofixação.</i>	19
<i>Tabela 9: Descrição do sal de poliamida utilizado.</i>	19
<i>Tabela 10: Condições de operação da etapa de cationização com o agente ligante.</i>	20
<i>Tabela 11: Adesivos utilizados nos ensaios de laminagem com filme de quitosano.</i>	23
<i>Tabela 12: Descrição das malhas de PES utilizadas na estrutura trilaminada.</i>	24
<i>Tabela 13: Condições de operação da do processo de tingimento.</i>	28
<i>Tabela 14: Amostras funcionalizadas por impregnação.</i>	32
<i>Tabela 15: Amostras funcionalizadas por esgotamento.</i>	32
<i>Tabela 16: Ensaio de difusão em agar com amostras impregnadas com DMeDHEU.</i>	33
<i>Tabela 17: Ensaio de difusão em agar com amostras de esgotamento com etanedial.</i>	33
<i>Tabela 18: K/S máximo - Amostras impregnadas - 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	36
<i>Tabela 19: K/S máximo - Amostras impregnadas – 1 ciclo de lavagem.</i>	36
<i>Tabela 20: K/S máximo - Amostras de esgotamento - 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	37
<i>Tabela 21: K/S máximo - Amostras de esgotamento – 1 ciclo de lavagem.</i>	37
<i>Tabela 22: Redução percentual da atividade bacteriana, da estirpe S. aureus, nas amostras quimicamente funcionalizadas com 1 e 5 ciclos de lavagem.</i>	39
<i>Tabela 23: Crescimento percentual da atividade bacteriana, da estirpe S. aureus, verificada nas amostras quimicamente funcionalizadas.</i>	39
<i>Tabela 24: Condições de laminagem da estrutura trilaminada com o filme de quitosano</i>	41
<i>Tabela 25: Redução percentual da atividade bacteriana verificada nas amostras trilaminadas desenvolvidas.</i>	42

<i>Tabela 26: Condições operacionais dos ensaios de Rct e Ret feitos para as estruturas trilaminadas com filme de QTS e PU.</i>	<i>42</i>
--	-----------

<i>Tabela 27: Resultados obtidos dos ensaios de Rct realizados para as estruturas trilaminadas de QTS e PU.</i>	<i>42</i>
--	-----------

Índice de Tabelas – Anexo I

<i>Tabela A I 1: Diversas áreas de aplicação dos têxteis técnicos são utilizados.</i>	<i>51</i>
--	-----------

Índice de Tabelas – Anexo III

<i>Tabela A III 1: Descrição dos tratamentos antimicrobianos existentes.</i>	<i>53</i>
---	-----------

Índice de Tabelas – Anexo VI

<i>Tabela A VI 1: Detalhes experimentais do processo de impregnação. Massa de amostras e composição do banho do processo – Tecido 100% algodão.</i>	<i>58</i>
--	-----------

<i>Tabela A VI 2: Detalhes experimentais do processo de impregnação. Massa de amostras e composição do banho do processo – Tecido 50% algodão e 50% poliéster.</i>	<i>58</i>
---	-----------

<i>Tabela A VI 3: Detalhes experimentais do processo de esgotamento. Massa de amostras e composição dos banhos do processo – Tecido 100% algodão.</i>	<i>59</i>
--	-----------

<i>Tabela A VI 4: Detalhes experimentais do processo de esgotamento. Massa de amostras e composição dos banhos do processo – Tecido 50% algodão e 50% poliéster.</i>	<i>59</i>
---	-----------

Índice de Tabelas – Anexo VII

<i>Tabela A VII 1: Principais características e requisitos a ter em consideração para uma classificação de desempenho padronizado relativamente às batas cirúrgicas e aos campos cirúrgicos [6].</i>	<i>61</i>
---	-----------

<i>Tabela A VII 2: Resistência térmica do vestuário [6].</i>	<i>62</i>
---	-----------

<i>Tabela A VII 3: Resistência evaporativa [6].</i>	<i>62</i>
--	-----------

<i>Tabela A VII 4: Índice de permeabilidade térmica ao vapor de água [6].</i>	<i>63</i>
--	-----------

Índice de Tabelas – Anexo VIII

<i>Tabela A VIII 1: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas como agente ligante DMedHEU, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>64</i>
--	-----------

<i>Tabela A VIII 2: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas com o agente ligante DMedHEU com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>65</i>
---	-----------

<i>Tabela A VIII 3: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas como agente ligante DMedHEU, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>66</i>
--	-----------

<i>Tabela A VIII 4: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas com o agente ligante DMedHEU com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>67</i>
<i>Tabela A VIII 5: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>68</i>
<i>Tabela A VIII 6: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>69</i>
<i>Tabela A VIII 7: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.....</i>	<i>70</i>
<i>Tabela A VIII 8: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>71</i>
<i>Tabela A VIII 9: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas como agente ligante HMMM, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>72</i>
<i>Tabela A VIII 10: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas como agente ligante HMMM com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>73</i>
<i>Tabela A VIII 11: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas com o agente ligante HMMM, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.....</i>	<i>74</i>
<i>Tabela A VIII 12: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas com o agente ligante HMMM com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>75</i>
<i>Tabela A VIII 13: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>76</i>
<i>Tabela A VIII 14: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>77</i>
<i>Tabela A VIII 15: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>78</i>

<i>Tabela A VIII 16: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>79</i>
<i>Tabela A VIII 17: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>80</i>
<i>Tabela A VIII 18: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.</i>	<i>81</i>
<i>Tabela A VIII 19: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>82</i>
<i>Tabela A VIII 20: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.</i>	<i>83</i>
<i>Tabela A VIII 21: Tabela resumo de amostras quimicamente funcionalizadas com apreciação de desempenho positivo nos ensaios de métodos qualitativos.</i>	<i>84</i>
<i>Tabela A VIII 22: Ensaio de adesividade. Resultados: (+) com adesão aparente, (-) sem adesão aparente.</i>	<i>85</i>
<i>Tabela A VIII 23: Amostras trilaminada com filme de quitosano com 0 (zero), 5 e 10 ciclos de lavagem.</i>	<i>86</i>

Notação e Glossário

Variáveis

i_m	Índice de Permeabilidade ao Vapor de Água	
A	Área Superficial	m^2
A	Coeficiente de Absortividade de Refletância	$dm^3 mol^{-1}$
C	Concentração Molar	$mol dm^{-3}$
K	Coeficiente de Absorção de Luz	m^{-1}
m	Massa	g
N	Número de Colónias	
P	Pressão	bar
R	Refletância	
r	Rotação	rpm
R_{ct}	Resistência Térmica	$m^2 K W^{-1}$
R_{et}	Resistência Evaporativa	$m^2 Pa W^{-1}$
S	Coeficiente de Dispersão da Luz	m^{-1}
T	Temperatura	$^{\circ}C$
t	Tempo	h, min, s
v	Velocidade	$m min^{-1}$
V	Volume	ml
ΔT	Velocidade de Aquecimento	$^{\circ}C min^{-1}$

Letras gregas

η	Taxa Percentual de Inibição	(%)
--------	-----------------------------	-----

Índices

<i>a</i>	Ambiente
<i>húmida</i>	Com Água
<i>lig</i>	Agente Ligante
<i>máx</i>	Máximo
<i>q</i>	Quitosano
<i>seca</i>	Isenta de Água
<i>sol</i>	Solução
<i>s</i>	Saturação
<i>1</i>	Antes da Interação com a Amostra
<i>2</i>	Após Interação com a Amostra

Lista de Siglas

AATCC	<i>American Association of Textile Chemistry and Colorists</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ATP	<i>Associação Têxtil e Vestuário de Portugal</i>
BTCA	<i>1,2,3,4-Butano-Tetracarboxílico</i>
C ¹³ -RMN	<i>Ressonância Magnética Nuclear de Carbono 13</i>
CAQ	<i>Compostos de Amina Quaternária</i>
CITEVE	<i>Centro Tecnológico das Indústrias Têxtil e do Vestuário de Portugal</i>
CO	<i>Algodão</i>
DMDHEU	<i>Dimetiloldihidroxi Etileno Ureia</i>
DMeDHEU	<i>Dimetildihidroxi Etileno Ureia</i>
<i>E. coli</i>	<i>Escherichia coli</i>
EU	<i>União Europeia</i>
EVA	<i>Etil Vinil Acetato</i>
H ¹ -RMN	<i>Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogénio</i>
HMMM	<i>Hexametoximetilmelamina</i>

IDT	<i>Investigação e Desenvolvimento Tecnológico</i>
IN	<i>Infeção Nosocomial</i>
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
IV-FT	<i>Infravermelho com Transformada de Fourier</i>
LDPE	<i>Polietileno de Baixa Densidade</i>
MRSA	<i>Staphylococcus Aureus Resistentes a Meticilina</i>
NMA-HTCC	<i>O-acrilamidometil-N-[(2-hidroxi-3-trimetilamonio)propil] Clorato de Quitosano</i>
OMS	<i>Organização Mundial da Saúde</i>
PA	<i>Poliamida</i>
PES	<i>Poliéster</i>
PET	<i>Polietileno Tereftalato</i>
PO	<i>Poliiolefina</i>
PTZn	<i>Piridintionato de Zinco</i>
PU	<i>Poliuretano</i>
PVC	<i>Cloreto de Polivinil</i>
QTS	<i>Quitosano</i>
<i>S. aureus</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
SCTN	<i>Sistema Científico e Tecnológico Nacional</i>
SUCH	<i>Serviço de Utilização Comum dos Hospitais</i>
TCS	<i>Triclosano</i>
UFC	<i>Unidades Formadoras de Colónias</i>
UV	<i>Ultra violeta</i>
VRSA	<i>Staphylococcus Aureus Resistentes a Vancomicina</i>

1 Introdução

1.1 Enquadramento e Apresentação do Projeto

A Organização Mundial da Saúde, OMS, define a infeção hospitalar, ou infeção nosocomial, IN, como sendo uma infeção contraída nas instalações de cuidados de saúde que se manifestam 48 horas após internamento, 3 dias após alta ou 30 dias após cirurgia [1].

As infeções nosocomiais constituem um grande problema da saúde hospitalar. Dados estatísticos mostram que anualmente, na União Europeia, UE, são diagnosticados $3 \cdot 10^6$ de casos de infeções nosocomiais, dos quais 50 000 resultam na morte do utente [2]. Em Portugal, as infeções nosocomiais estão na origem de 4 500 mortes por ano, o que imputa a despesa de $300 \cdot 10^6$ € ao Serviço Nacional de Saúde. Estudos revelam que 20% a 30% das IN contraídas podem ser prevenidas pela intervenção nos cuidados de higiene e na exposição a meios contaminados [3]. Uma das contribuições da propagação de IN é a utilização de têxteis [4]. Alguns destes têxteis são descontaminados durante o seu ciclo de higienização (lençóis) outros são eliminados (batas, campos operatórios), acarretando custos substanciais e elevado impacto ambiental.

Os têxteis constituem um meio favorável ao crescimento de microrganismos responsáveis pelas infeções. Sabe-se que as fibras têxteis mais utilizadas em ambientes hospitalares são o algodão, CO, pelas suas características de respirabilidade e conforto, e o poliéster, PES, pelas suas características de resistência e durabilidade.

As fibras naturais, como o algodão, são as mais propensas ao ataque microbiano, uma vez que são uma fonte de carbono natural pela sua constituição à base de celulose [5]. Ao contrário das fibras sintéticas, como o poliéster, que pela própria composição não servem de fonte de nutrientes para os microrganismos. A baixa permeabilidade da fibra ao vapor de água, promove a acumulação de fluidos provenientes da transpiração humana e sujidade que acabam por fornecer as condições propícias ao crescimento microbiano. [6] Este cenário pode ser alterado com a implementação de processos de transformação do substrato têxtil através de técnicas de funcionalização química e laminagem.

O algodão é uma fibra curta e o seu uso e manutenção provocam a formação de fibrilas à superfície que dão origem à libertação de fibras e partículas e à formação de borboto, que consequentemente provocam problemas infecciosos e a sua propagação.

Estes problemas alavancaram a utilização de materiais têxteis descartáveis à base de não tecidos que apesar de assegurarem uma proteção eficaz quer para o paciente como para a equipa médica, revelam aspetos negativos nos campos económicos e ecológicos, uma vez que necessitam de ser incinerados.

A tendência atual é desenvolver novos materiais cirúrgicos reutilizáveis denominados de nova geração produzidos à base de fibras sintéticas, como o poliéster e a poliamida, laminados onde a proteção microbiana é promovida pelo efeito de barreira de uma membrana interna.

De forma a combater este problema o Centro Tecnológico das Indústrias Têxtil e do Vestuário de Portugal, CITEVE, em colaboração com entidades industriais e outras entidades do sistema científico e tecnológico nacional, SCTN, tem vindo a investigar e desenvolver produtos nesta área – Têxteis Reutilizáveis de Combate a Infecção Hospitalar. A incorporação de um agente antimicrobiano ativo, o quitosano, QTS, que em contraste aos produtos descartáveis atualmente utilizados, permite o combate à IN e simultaneamente redução dos custos hospitalares e impacto ambiental.

O quitosano é um polissacarídeo obtido através do segundo polímero natural mais abundante, a quitina, com propriedades antimicrobianas eficazes face a bactérias multirresistentes que estão na origem de infeções nosocomiais. A sua eficácia está diretamente relacionada com o peso molecular e com o grau de desacetilação [7].

Este trabalho tem como objetivo o estudo e seleção das tecnologias mais promissoras à incorporação de quitosano em substratos têxteis (de algodão, poliéster e misturas de algodão e poliéster) para diferentes aplicações como batas cirúrgicas, máscaras, toucas e lençóis. Foram exploradas tecnologias de laminagem, impregnação e esgotamento tanto para a incorporação e encapsulamento do quitosano em estruturas têxteis como a funcionalização das mesmas com quitosano. Na seleção do método de incorporação foram consideradas as propriedades de atividade antimicrobiana, de conforto e peso, leveza, toque, flexibilidade e de durabilidade.

1.2 Apresentação da Empresa

O CITEVE desenvolve a sua atividade de apoio técnico e tecnológico à indústria em 6 áreas: atividade laboratorial, consultoria e assistência técnica, vigilância e desenvolvimento tecnológico, valorização de recursos humanos e cooperação com a administração pública. Encontra-se reconhecido para a prestação de serviços em todas as áreas do Portugal 2020. De forma a prestar um apoio direto às empresas na área de conceção e desenvolvimento de novos produtos, dispõe de uma unidade de teste e prototipagem que para além das tecnologias convencionais, está apetrechada com as

mais avançadas tecnologias emergentes, onde se destacam: estamperia digital, revestimento/laminagem, revestimentos, malhas de teia, trama reta e *seamless*, ultrassons, alta frequência, corte por laser, etc. Participa atualmente em mais de 60 projetos, nacionais e europeus. Nestes, estão envolvidas cerca de 100 empresas nacionais e parceiros institucionais europeus e nacionais

1.3 Contributos do Trabalho

No sentido de reduzir o impacto ambiental e económico causado pela utilização e inceneração de batas, máscaras e toucas cirúrgicas descartáveis, e em simultâneo reduzir o contágio de IN desenvolveram-se materiais têxteis hospitalares reutilizáveis com propriedades antimicrobianas.

No desenvolvimento deste trabalho foram seguidas as vias de investigação:

- Funcionalização química de estruturas têxteis à base de algodão e poliéster com quitosano.

O objetivo foi o desenvolvimento de lençóis com características antimicrobianas aliadas ao conforto, flexibilidade e leveza. Para tal recorreu-se à alteração da química superficial das fibras do material têxtil com quitosano. Os substratos à base de celulose, como o algodão, são uma excelente fonte de carbono para os microrganismos com baixa resistência quando sujeito ciclos de lavagem revelando um desgaste bastante acentuado. Contudo é permeável ao vapor de água e agradável ao toque o que confere maior conforto. Foi também considerada a estrutura têxtil com a mistura de fibras de algodão e poliéster uma vez que permite boas características de conforto promovidas pelo CO, aliadas à elevada resistência e à capacidade de proteção microbiana intrínseca às fibras de PES.

Pretendeu-se selecionar o método de funcionalização química, o substrato têxtil, agente ligante, e os parâmetros de funcionalização mais adequados avaliando as suas propriedades antimicrobianas. Para tal foram utilizados os métodos indiretos de difusão em agar e tingimento reativo e métodos qualitativos e quantitativos

- Estudo de estruturas têxteis multicamada com incorporação de filmes de quitosano através de processos de laminagem.

O objetivo desta via de investigação foi conceber uma estrutura de barreira a fluidos e microrganismos tendo em vista a sua utilização em batas cirúrgicas. Para a realização desta estrutura foram selecionados substratos têxteis à base de poliéster, uma vez que, esta tem propriedades de resistência aos microrganismos e possui elevada resistência mecânica e duradoura face aos ciclos de lavagem e esterilização.

Pretendeu-se selecionar os substratos têxteis, materiais adesivos, parâmetros de laminagem mais adequados avaliando as suas propriedades antimicrobianas através de métodos quantitativos e as características de conforto termofisiológico

1.4 Organização da Tese

Este documento está estruturado em quatro capítulos distintos:

- Contextualização e Estado da Arte: descrição do estado atual da arte no que diz respeito ao impacto das infeções nosocomiais e focos de propagação, influência dos materiais têxteis no crescimento de microrganismos. São referenciados os agentes antimicrobianos utilizados nos materiais têxteis assim como a vantagem da utilização de quitosano. É feita uma breve descrição dos processos de incorporação de quitosano, funcionalização química e laminagem e assim como compostos intermediários que promovem uma incorporação mais eficaz.
- Materiais e Métodos: Referência aos materiais, parâmetros procedimentos e equipamentos utilizados na preparação das amostras quimicamente funcionalizadas e laminadas. Descrição dos métodos experimentais qualitativos e quantitativos adotados para a caracterização dos substratos têxteis obtidos, como o método de difusão em agar, tingimento reativo, atividade antimicrobiana de contacto dinâmico e solidez a ciclos de lavagem.
- Apresentação e Discussão dos Resultados: Apresentação e discussão dos resultados obtidos pela aplicação das metodologias descritas no capítulo anterior, face às tecnologias de incorporação de quitosano destinadas a diferentes produtos. Para a funcionalização química pretende-se determinar qual o agente ligante, metodologia (impregnação ou esgotamento), e composição do tecido mais adequados, isto é, com maior atividade antimicrobiana e solidez a ciclos de lavagem, para o desenvolvimento de lençóis. Para a laminagem é objetivo selecionar os parâmetros e tipos de adesivos mais promissores e avaliar as características de conforto e antimicrobianas das estruturas trilaminadas.
- Conclusões: Reflexão e conclusões do trabalho realizado, selecionando quais os materiais, processos e metodologias que permitem obter maior atividade antimicrobiana assim como boas propriedades de conforto.

2 Contexto e Estado da Arte

2.1 Setor Têxtil - Desenvolvimento de Têxteis Técnicos

O setor têxtil e do vestuário constitui uma percentagem considerável da indústria transformadora e do comércio português. Segundo a Associação Têxtil e Vestuário de Portugal, ATP, a indústria têxtil representa 9% das exportações nacionais com o volume de negócios de $5\,800 \cdot 10^6$ € [8].

Atualmente, com o objetivo de cumprir com os requisitos de segurança, conforto, saúde, ambientais, entre outros, a indústria têxtil tem vindo a desenvolver produtos inovadores designados por têxteis técnicos e funcionais. Estes são produtos e matérias produzidos com a finalidade principal de cumprir requisitos técnicos e funcionalidades para além das suas características estéticas ou decorativas. Uma das áreas de aplicação de têxteis técnicos é a saúde. No Anexo I estão detalhadas as diversas áreas de desenvolvimento de têxteis técnicos assim como alguns exemplos de aplicação. Os têxteis técnicos médicos, usualmente denominados *Medtech*, constituem um dos setores em expansão mais dinâmica no mercado de têxteis técnicos. A diversidade de aplicações encontradas em produtos médicos e de saúde é bastante notória, como é o exemplo dos curativos simples, implantes biocompatíveis, tecidos, material de tratamento antibacteriano de feridas, próteses e tecidos inteligentes [9]. Os têxteis técnicos são crescentemente utilizados na indústria dos cuidados de saúde aumentando a eficácia de tratamentos médicos, melhorando níveis de conforto e reduzindo custos. As suas aplicações variam entre funções de proteção, capacidade de absorção e impermeabilidade, sendo que uma das características importantes é a capacidade de proteção antimicrobiana.

2.2 Têxteis Hospitalares

O desenvolvimento deste trabalho teve em foco os têxteis cirúrgicos de proteção e de higiene e saúde, concretizando através do desenvolvimento de uma linha de batas cirúrgicas e lençóis com propriedades antimicrobianas.

Os materiais têxteis médicos devem cumprir requisitos específicos nos parâmetros de toxicidade, inflamabilidade, hipoalergenicidade e carcinogenicidade; capacidade de ser esterilizado por processos de radiação, gás de óxido de etileno, calor seco ou autoclave; propriedades mecânicas como resistência, elasticidade e durabilidade; biocompatibilidade. O algodão e a seda são os materiais naturais de aplicação médica mais comuns. Estes materiais, conjuntamente com as fibras de celulose modificada por

via química, como a viscose, são utilizados em grande escala em materiais não-implantáveis e em produtos de higiene e saúde. Os materiais têxteis sintéticos não naturais incluem o PES, o poliuretano, PU, o polipropileno, o polimetilmetacrilato e o politetrafluoretileno os quais são frequentemente utilizados como materiais têxteis cirúrgicos implantáveis e de proteção [10].

As batas cirúrgicas são utilizadas para evitar fontes de contaminação. No caso das batas descartáveis, de uso único, são compostas de não tecidos e filmes de polietileno nas zonas críticas. Os não tecidos marcaram a sua posição no mercado mostrando capacidades eficazes na proteção da equipa médica contra fluidos infecciosos, apesar de serem descartáveis. As batas reutilizáveis tradicionais são de algodão, que em acréscimo à falha na proteção face a fluidos infecciosos, libertam partículas, o que levou ao recente lançamento de materiais reutilizáveis de nova geração, fabricados a partir de trilaminados.

Foi realizado um estudo para avaliar a vantagem da implementação de batas cirúrgicas reutilizáveis no qual se concluiu que o seu processo de lavagem e esterilização tem menor impacto ambiental que a utilização de batas cirúrgicas descartáveis que tem como destino final a inceneração [11]. As conclusões mostram que de forma geral a vantagem da utilização de batas cirúrgicas reutilizáveis é clara a nível de impacto ambiental.

Neste âmbito das vantagens e evidências da utilização de materiais reutilizáveis, regista-se a bata *Medtex* desenvolvida por um consórcio europeu. Neste projeto registou-se o inquérito realizado aos cirurgiões e enfermeiras relativo à opinião sobre as novas batas *Medtex*, que conclui que os aspetos mais valorizados foram a forma fácil de vestir, o peso, o isolamento térmico, conforto, transpiração adequada, o tipo de tecido com toque agradável e absorção. Assim prevê-se que o futuro das batas cirúrgicas reutilizáveis de nova geração será próspero.

2.2.1 Infecções Nosocomiais

As infeções associadas aos cuidados de saúde constituem um grave problema de saúde devido à sua elevada morbilidade, mortalidade e elevados custos associados. Estas designam-se por nosocomiais e consistem em infeções contraídas em 48 horas após o internamento hospitalar, três dias após alta ou trinta dias após uma cirurgia [2].

Estudos revelam que em média as infeções nosocomiais, afetam um em cada dez pacientes hospitalares [12]. Em Portugal, a taxa de prevalência de IN é de 9,8%, resultando em 4 500 óbitos anuais o que imputa a despesa de $300 \cdot 10^6$ € ao Serviço Nacional de Saúde. Na UE, a taxa de prevalência está compreendida entre 5% e 10%,

sendo anualmente identificados cerca de $3 \cdot 10^6$ de casos de IN e 50 000 resultam em morte [13].

As principais contribuições para a propagação de IN são a utilização de dispositivos invasivos como cateteres ou ventiladores artificiais provocando infecções urinárias, sendo estas as mais recorrentes, ou septicémias e pneumonias respetivamente. A realização de procedimentos invasivos como cirurgias constitui também uma das principais causas na propagação de IN. As infecções contraídas no local cirúrgico são as segundas mais recorrentes [2]. Um estudo realizado com cirurgias de todas as especialidades revela que em 28% dos casos ocorreu do contato direto do sangue do paciente com a pele de profissionais da equipa cirúrgica. Quando o sangue do doente está contaminado com um agente patogénico, em média, numa de quatro cirurgias existe o risco de infeção adquirida no local [14].

Estudos revelam que 86,8% dos equipamentos incluídos na amostra de análise estavam contaminados com agentes patogénicos [15], estando estes não só presentes no ambiente de cuidados do utente e da equipa médica, como também sobrevivem durante um longo período de tempo [16]. Além disso, tem sido reportado que a preparação das camas nos hospitais liberta grandes quantidades de microrganismos para o ar, que contamina as áreas circundantes. Têxteis contaminados em hospitais podem, assim, ser uma grande fonte de microrganismos, que contribuem para a transmissão endógena, de contacto indireto, e de aerossol de patogénicos nosocomiais. A temperatura e humidade entre os pacientes e a cama são condições apropriadas que permitem a proliferação bacteriana eficaz. Vários estudos têm demonstrado que o contacto com tecidos contaminados foi a fonte de transmissão de microrganismos [4].

2.2.2 Microrganismos nos Substratos Têxteis

Os materiais têxteis constituídos por fibras naturais como o linho, a lã e o algodão são suscetíveis ao ataque microbiano devido à estrutura hidrofílica e porosa proporcionando uma fonte de nutrientes para os microrganismos.

Os fungos e as bactérias são os microrganismos predominantemente presentes nos materiais têxteis [17]. A maioria das bactérias é heterotrófica dependendo da matéria orgânica como fonte de carbono.

O espectro de patogénicos hospitalares abrange microrganismos como bactérias gram-positivas, gram-negativas e fungos. As bactérias responsáveis pelas IN mais comuns incorporam estirpes multirresistentes como *Staphylococcus epidemiais* e *Staphylococcus aureus* resistentes a metilicina, MRSA, e mais recentemente os

Staphylococcus aureus resistentes a vancomicina, VRSA. Os fungos têm maior impacto nas populações de pacientes imunologicamente comprometidos [18].

No Anexo II encontram-se as descrições das fibras de algodão e poliéster assim como a sua interação com os microrganismos.

2.2.3 Agentes Antimicrobianos

O tratamento de substratos têxteis com agentes antimicrobianos é uma prática quem tem vindo a ser introduzida no mercado há várias décadas. Estes compostos são utilizados com finalidade de proteger o material têxtil dos efeitos do crescimento microbiano e de proteger o utilizador da ação nociva dos microrganismos [19].

O uso atual de têxteis com funcionalização antimicrobiana abrange várias áreas como desporto, lar, aplicações médicas [19]. A utilização de têxteis antimicrobianos, especialmente nos tecidos que estão em contato estreito com os pacientes (pijamas, batas e lençóis), ou com as equipas médicas (batas e máscaras) podem reduzir significativamente a carga microbiana em ambientes clínicos e consequentemente reduzir o risco de infeções nosocomiais. Estes materiais devem ser seguros para a utilização humana, não causar irritação ou sensibilização da pele, devem possuir características antimicrobianas eficazes face a microrganismos resistentes, inclusive os que estão na origem de IN não permitindo o desenvolvimento de resistências ao composto ativo por parte dos microrganismos.

Os tratamentos antimicrobianos são categorizados segundo a Tabela A III 1. Existem vários compostos utilizados para conferir funcionalidade antimicrobiana a materiais têxteis como *Cliniweave*® sem composição reportada, sais inorgânicos, compostos organometálicos, compostos iodóforos, fenóis, tiofenóis, sais de amónia, ureia e formaldeído [20]. Os mais utilizados são o triclosano, TCS, compostos de amónia quaternária, CAQ, polibiguanidas, N-haloaminas, prata, Ag, complexos de coordenação como piridintionato de zinco, PTZn, e compostos de derivados naturais como o quitosano [19].

Na Tabela 1 estão categorizados os tratamentos antimicrobianos. Encontram-se também detalhados vários produtos comerciais com o respetivo agente antimicrobiano ativo, mecanismo de ação e efeitos adversos

Tabela 1: Quadro resumo dos compostos antimicrobianos mais utilizados e produtos comerciais [19] [21] [22] [23] [24] [25] [26] [27] [28].

Composto antimicrobiano		Aplicação	Tipologia e mecanismo de ação antimicrobiana	Efeitos adversos
Ag	<i>UltraFresh®</i> , <i>AlphaSan®</i> , <i>Microfresh®</i> , <i>SoleFresh®</i> , <i>GuardYarn®</i> , <i>SmartSilver®</i>	Tratamento de água; Têxtil; Médico.	Algicida, bactericida, fungicida e antimicótico.	Irritação cutânea provocada quando em contacto com a pele.
			Ligação do ião Ag^+ à membrana celular. Perturbação dos processos metabólicos que leva à morte celular.	
TCS	<i>Tinosan AM 100®</i> , <i>CEL®</i> , <i>Silfresh®</i> , <i>Microban®</i>	Produtos de cuidados de higiene; Têxtil.	Bactericida e fungicida.	É absorvido pelo trato gastrointestinal e pele. Causa desregulação do sistema endócrino.
			Permeação pela parede celular interferindo na síntese de ARN, de macromoléculas e ácidos gordos. Perturbação do transporte transmembranar.	
CAQ	<i>Acrilan®</i> , <i>Orlon®</i> , <i>BIOGUARD®</i>	Têxtil; Alimentar; Médico.	Algicida, bactericida, fungicida e antimicótico.	Irritação cutânea provocada quando em contacto com a pele.
			Permeação pela parede celular, desregulação do equilíbrio iónico celular.	

A seleção do composto antimicrobiano deve ser feita tendo em consideração a aplicação final do produto que necessita de cumprir vários requisitos como eficácia contra microrganismos, adequação ao processamento do material têxtil, resistência às lavagens, [19] biocompatibilidade e biodegradabilidade. A toxicidade é um parâmetro de elevada importância no desenvolvimento de produtos que estabelecem contacto direto com a pele humana e a estabilidade à luz é um parâmetro relevante nos materiais têxteis com aplicações no meio exterior [19].

2.2.3.1 Quitosano

O quitosano é obtido através da quitina por processos de desacetilação, isto é, eliminação dos grupos acetilados, Figura 1, e tem a capacidade de inibir o crescimento de bactérias, fungos e vírus [29], incluindo os agentes patogénicos mais agressivos que provocam infeções nosocomiais como MRSA e VRSA. A quitina é o segundo polímero natural mais abundante na natureza, sendo que o mais abundante é a celulose. Seres vivos como os crustáceos e insetos possuem na composição dos seus exosqueletos grandes quantidade de quitina, estando estes na origem da matéria prima.

As propriedades antimicrobianas associadas à não toxicidade, biodegradabilidade e biocompatibilidade fazem do quitosano um composto de elite para o desenvolvimento

de novos produtos aplicados às áreas médica, alimentar, farmacêutica e agrícola aliadas à indústria têxtil [17]. Esta tem apostado no desenvolvimento de novas tecnologias e processamentos ecológicos que substituam a utilização e produção de resíduos químicos tóxicos. A utilização do quitosano como agente antimicrobiano traduz-se num passo significativo rumo ao progresso ecológico destas indústrias.

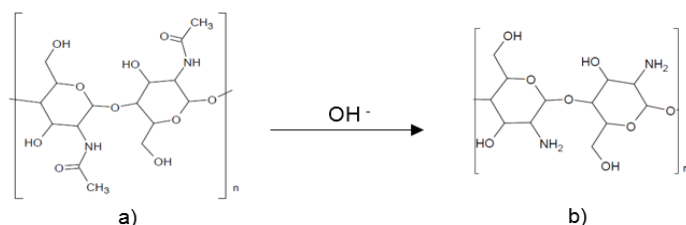


Figura 1: a) Estrutura química da quitina, $\beta(1,4)$ -2-acetamida-2-dioxi-D-glicopirranose. b) Representação química do quitosano, $\beta(1,4)$ -2-amónio-2-dioxi-D-glicopirranose. [30].

Existem vários estudos para a determinação do mecanismo de ação antimicrobiana do quitosano, contudo este ainda não está comprovado. É aceitável afirmar que o grupo amina primário confere ao composto propriedades catiónicas que interferem com a membrana celular dos microrganismos provocando inibição do crescimento destes e morte celular [7].

O quitosano aplicado à indústria têxtil como acabamento antimicrobiano começou a tomar importância devido à sua capacidade de proteção contras alergias e doenças infecciosas, acoplado com a capacidade de retenção de água e cicatrização de feridas.

O foco primário do desenvolvimento do tratamento antimicrobiano com quitosano tem sido a sua aplicação em algodão uma vez que este material é muito suscetível ao crescimento e propagação de microrganismos [31], tendo contudo excelentes propriedades de conforto.

O quitosano possui dois parâmetros estruturais importantes que determinam as suas características antimicrobianas, o grau de desacetilação da quitina e o peso molecular. A sua solubilidade e atividade antimicrobiana estão intimamente relacionadas com estes dois parâmetros. Na presença de meios ácidos, os grupos NH_2 originam grupos de amina quaternários o que confere ao quitosano capacidade de inibir o crescimento de microrganismos como bactérias gram-positivas gram-negativas e fungos [17].

O grau de desacetilação da quitina é determinado pela razão entre as unidades estruturais de 2-acetoamida-2-deoxi-D-glicopirranose e 2-amónio-2-deoxi-D-glicopirranose e determina a solubilidade do composto. A quitina não dissolve perante uma solução de ácido acético, quando o grau de desacetilação é aproximadamente 60% o composto já é solúvel e passa a ter a designação de quitosano. Este pode ser

totalmente ou parcialmente desacetilado, para definir o grau de desacetilação é possível recorrer a vários métodos experimentais como espectroscopia IV-TF, UV e H^1 -RMN, C^{13} -RMN, cromatografia de permeação em gel, análises elementares e térmicas [31].

O peso molecular é um fator predominante no que concerne à aplicação em fibras naturais ou sintéticas. O peso molecular da quitina depende da fonte da matéria-prima e do quitosano e depende das condições de tempo, temperatura e concentração do grupo hidroxilo, OH^- , e do processo de desacetilação. Resultados indicam que a melhor atividade antimicrobiana e antifúngica é verificada quanto mais elevado for o grau de desacetilação e massa molecular [32] [33].

Uma das grandes desvantagens da utilização do quitosano como agente antimicrobiano é a perda de atividade quando sujeito a meios alcalinos e à sua fraca durabilidade nos materiais têxteis como consequência das fracas interações químicas com as fibras [34]. Vários estudos publicados recorrem à utilização de agentes intermediários que promovem interações mais energéticas entre o quitosano e as fibras têxteis, como também recorrem a processos de alteração da sua estrutura química. Apesar dos estudos desenvolvidos e patentes elaboradas no âmbito da aplicação do quitosano em algodão [35] e poliéster [36], este composto ainda não é considerado um agente de acabamento antimicrobiano para têxteis comerciais. Contudo no mercado a companhia suíça Swicofil desenvolveu um compósito de viscose e quitosano, *Crabyon®*, que possui o efeito antimicrobiano duradouro e adequado para aplicações têxteis [37].

2.2.4 Métodos de Incorporação em Substratos Têxteis

As propriedades de um substrato têxtil com estrutura de tecido, malha ou não tecido, podem ser alteradas através de processos de transformação têxtil, como processos de funcionalização química ou de revestimento. Várias metodologias são utilizadas para a funcionalização antimicrobiana dos materiais têxteis dependendo do agente ativo e da natureza da fibra. A descrição destas encontra-se no Anexo IV.

2.2.4.1 Incorporação por Funcionalização Química

Como já foi referido, para a promoção da eficácia do processo de incorporação de quitosano nas fibras celulósicas por funcionalização química, é necessário recorrer a agentes ligantes. Estes compostos têm a finalidade de, através de reações de reticulação, promover a ligação entre cadeias poliméricas como a celulose e o quitosano [38]. Este processo ocorre por meio da reação entre grupos reativos presentes nas unidades estruturais dos compostos considerados. Na Figura A V 1 encontra-se

esquematizada a reação de reticulação de cadeias poliméricas de celulose com o agente ligante ácido glioxílico.

Estas reações alteram as propriedades do polímero, tais como estabilidade química, térmica, rigidez, permeabilidade, cor e capacidade antimicrobiana e sofrem influência de algumas características físicas e químicas do quitosano utilizado segundo as condições reacionais adotadas. Dessa forma o grau de desacetilação, massa molecular, temperatura e tempo reacional elevados, em geral, favorecem as reações e consequentemente promovem o aumento do grau de reticulação. A reticulação do quitosano é realizada por ligações covalentes por mecanismos reacionais distintos e dependentes do tipo de agente de ligante utilizado [39].

2.2.4.1.1 Impregnação

O processo de impregnação do material têxtil para a funcionalização química é o mais utilizado na incorporação de quitosano [20] [29] [31] [40] e consiste em quatro etapas processuais sendo a primeira a impregnação do material têxtil na solução de funcionalização e posterior compressão para remoção de ar dos poros das fibras e excesso de solução à superfície. A segunda etapa consiste na remoção da água da solução de funcionalização das fibras, seguindo-se a terceira etapa de termofixação onde o material têxtil é sujeito a temperaturas mais elevadas para que os agentes de funcionalização sejam fixados à fibra. A lavagem após o processo de termofixação é a etapa final e tem a função de remover o excesso de solução de funcionalização que não estabeleceu ligações com a fibra [41].

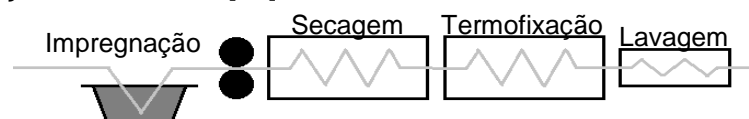


Figura 2: Representação esquemática das etapas do processo de impregnação.

Vários estudos revelam que os agentes ligantes adequados para a fixação do quitosano ao algodão são o dimetiloldihidroxi etileno ureia, DMDHEU, pentanedial [42] etanedial [43], ácido cítrico, ou ácido 1,2,3,4-butano-tetracarboxílico, BTCA [31]. O agente ligante mais utilizado nas metodologias de impregnação para a incorporação de compostos em materiais têxteis é o DMDHEU, Figura 3 a). Este composto possui grande versatilidade e confere grande durabilidade ao acabamento. À semelhança do composto DMDHEU, o quitosano estabelece facilmente interações com o pentanedial, Figura 3 b), e com o etanedial, Figura 3 c) devido à alta atividade dos grupos de aldeído que promovem o ataque nucleofílico. O uso destes agentes ligantes faz como que a biocompatibilidade do acabamento de quitosano fique reduzida pela sua toxicidade e liberação de formaldeído [44].

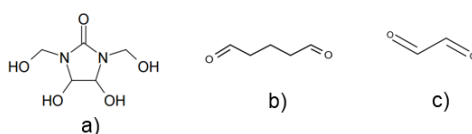


Figura 3: Estrutura química: a) dimetiloldihidroxi etileno ureia, DMDHEU [45]; b) Pentanediol [46]; c) etanediol [47].

Agentes ligantes produzidos com base de formaldeído provocam dois efeitos secundários indesejáveis nos materiais têxteis se aplicados por processos de impregnação: 1) Causam perda considerável de resistência mecânica do material têxtil provocada pelas ligações rígidas do polímero que não permitem a movimentação livre da fibra para a libertação de tensões; 2) Os materiais com funcionalização química com estes compostos ligantes contêm formaldeído que com a utilização contínua originam a sua libertação do material têxtil causando graves problemas de saúde. Vários estudos focados na utilização de agentes ligantes sem formaldeído consideram a utilização do composto dimetildihidroxi etileno ureia, DMDHEU, Figura 4 [48]. Este é isento de formaldeído pelo que se torna vantajosa a sua utilização face a compostos elaborados com base neste composto. Estabelece ligações com os grupos hidroxilo da celulose promovendo a ligação entre cadeias poliméricas [49]. A sua ligação com o quitosano é estabelecida com a interação dos grupos amina assim com os grupos hidroxilos o que promove a formação de diversos produtos finais [50].

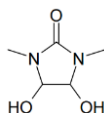


Figura 4: Estrutura química dimetildihidroxi etileno ureia, DMDHEU [45].

O composto hexametoximetilmelamina, HMMM, Figura 5, é uma resina utilizada como agente ligante aplicada em variadas aplicações industriais, nomeadamente em processos têxteis como impregnação. Estabelece ligações com grupos funcionais hidroxilo de materiais poliméricos desencadeando o processo de reticulação. Este composto destaca-se pelas propriedades únicas como um agente de reticulação aplicável a uma vasta gama de materiais poliméricos [51].

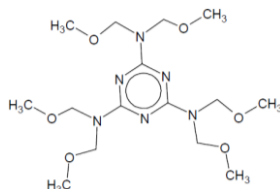


Figura 5: Estrutura do hexametoximetilmelamina, HMMM.

O BTCA e o ácido cítrico são ácidos polissacarídeos que promovem a ligação eficaz do quitosano ao algodão através do mecanismo de esterificação. O BTCA permite maior eficácia tendo um custo muito elevado. A utilização do ácido cítrico provoca o amarelecimento do material têxtil celulósico [38].

2.2.4.1.2 Esgotamento

O processo de esgotamento é um processo descontínuo, *batch*, demorado e permite que os agentes de funcionalização estabeleçam interações moleculares com as fibras têxteis. Tem como fundamento os fenômenos de adsorção, difusão, absorção do composto de funcionalização pela fibra e posteriormente a interação química ou física. O material têxtil é submerso no banho de acabamento onde o processo de absorção ocorre, após o equilíbrio o processo termina. As isotérmicas de *Langmuir* e *Freundlich* são adequadas para a descrição do processo de adsorção [52] [53]. As variáveis que influenciam esta metodologia são as condições de operação de temperatura, gradiente de aquecimento, pH e tipologia dos agentes de funcionalização bem como a sua concentração [54].

Para a incorporação de quitosano, assim como outros compostos, é necessário recorrer a agentes ligantes que promovam a ligação entre este e a fibra. Em contraste ao processo de impregnação, o agente ligante não é introduzido no mesmo banho que o quitosano. Recorre-se a uma etapa prévia de tratamento, designada por cationização, onde o agente ligante estabelece interações com a fibra têxtil preparando-a para receber o banho de quitosano fazendo com que este estabeleça ligações eficazes. Os agentes ligantes frequentemente utilizados no processo de cationização de fibras celulósicas são sais de poliamida [55], e compostos utilizados no processo de impregnação como o etanedial.

2.2.4.2 Incorporação por Laminagem

Os materiais têxteis podem ser revestidos ou laminados com um polímero para melhorar ou introduzir novas características como o aumento da resistência à sujidade, penetração de líquidos e gases e melhoria da resistência à abrasão. Também se recorre a este tipo de processos por razões estéticas [56]. Uma metodologia frequentemente adotada é a laminagem, onde o polímero é inicialmente transformado em filme, com uma espessura específica, e posteriormente laminado no material têxtil com ação de calor, pressão ou agentes químicos que promovem a adesividade entre os materiais, designados por adesivos [57] [58] [59].



Figura 6: Representação de um tecido revestido e de um tecido laminado [60].

Um material têxtil laminado pode ser constituído por duas ou mais camadas, sendo pelo menos uma delas um material têxtil, ligadas conjuntamente. Uma propriedade de grande relevância nestes materiais é a elevada permeabilidade ao vapor de água. As

estruturas têxteis à base de laminados com membrana podem possuir diversas tipologias sendo uma delas a estrutura trilaminada [22]. Nesta estrutura o filme está ligado ao tecido exterior e ao forro. Os trilaminados são mais robustos e duradouros utilizando-se em vestuário de proteção, como base dos têxteis cirúrgicos reutilizáveis de nova geração. Com efeito, a porosidade do filme é selecionada de modo a impedir a passagem microrganismos e líquidos, permitindo a passagem do vapor de água, mantendo a termorregulação natural de forma a assegurar um certo conforto [4].

Nas aplicações de revestimento e laminagem é importante adquirir boas propriedades de adesividade. Existem três mecanismos principais que contribuem para o processo de adesão como interações químicas, interações elétricas e reatividade mecânica. As interações químicas são as que mais contribuem para as características de adesividade de um material, englobam diferentes tipos de forças que contribuem para a adesão entre moléculas como forças de *London*, interações dipolo-dipolo, dipolo induzido, pontes de hidrogénio e ligações covalentes. Interações electroestáticas são as responsáveis pelo efeito de atração ou repelência entre materiais se estes possuírem cargas superficiais opostas ou semelhantes, respetivamente. O mecanismo de reatividade mecânica consiste na capacidade de penetração do polímero na superfície rugosa e poros da superfície têxtil, quanto maior a rugosidade de uma superfície, maior será a sua área de contacto com o polímero promovendo maior adesão entre os materiais. Contudo, a teoria do mecanismo de reatividade mecânica ainda não está comprovada uma vez que em determinados casos a elevada rugosidade de uma superfície pode diminuir a adesividade entre estruturas [56] [61].

Existem vários polímeros utilizados nos processos de revestimento e laminagem nomeadamente, cloreto de polivinil, PVC, e derivados de poliuretano [56]. A utilização de poliuretano nos processos de revestimento e laminagem é vantajosa face a todos os materiais existentes pois tem boas características de resistência à abrasão, flexibilidade e estabilidade química, sendo contudo sensível a radiações ultravioleta [56]. Estas características tornam os materiais de poliuretano, nomeadamente filmes para processos de laminagem, adequados para utilização em vestuário de proteção. Filmes de quitosano demonstraram já potencial para serem utilizados como material de embalagem para a preservação da qualidade de uma variedade de alimentos, em alguns caso com ação antimicrobiana [62]. No entanto, aplicação de filmes de quitosano aos têxteis ainda é uma alternativa tecnológica em estudo, e naturalmente exigirá estudos no que concerne à metodologia de produção do filme que permitam encontrar soluções de aplicação no substrato têxtil e assegurar resistência à manipulação e a ciclos de lavagem.

3 Materiais e Métodos

Neste capítulo estão descritos todos os materiais e métodos selecionados para o desenvolvimento das estruturas têxteis à base de algodão e algodão poliéster quimicamente funcionalizadas com quitosano e das estruturas trilaminadas têxteis com filme de quitosano incorporado.

3.1 Preparação de Amostras

3.1.1 Incorporação por Funcionalização Química

Para as amostras de funcionalização química recorreu-se a dois tipos de tecidos com estrutura tafetá com diferentes composições: 100% algodão e 50% algodão e 50% poliéster. Os materiais foram sujeitos ao tratamento prévio de desencolagem, fervura e branqueação, necessários para preparar os tecidos em “cru”, provenientes diretamente do tear, para os processos de funcionalização química. Após estes processos os tecidos foram cortados em amostras de 50 cm de largura e 50 cm de comprimento. As dimensões das amostras foram concebidas tendo em consideração o tipo de equipamentos e processos associados à funcionalização química bem como as quantidades e dimensões necessárias para a avaliação qualitativa e quantitativa das propriedades antimicrobianas assim como para o processo de tingimento reativo de determinação dos grupos amina livres. Para cada ensaio realizaram-se três amostras sendo uma considerada amostra de controlo onde não foi aplicado quitosano com o propósito de avaliar a influência exclusiva deste nos materiais têxteis.

Na Tabela 2 encontra-se a descrição e especificações do quitosano utilizado. Este encontra-se sobre a forma de partículas granuladas, pelo que, para uma incorporação eficaz, foi necessário recorrer à sua solubilização por meio de uma solução de ácido acético glacial, Tabela 3, com concentração de 1% em volume, pH de 3,5.

Tabela 2: Descrição e especificações do quitosano utilizado.

Descrição do Produto	
Nome	ChitoClear® cg 800
Fornecedor	Primex, Islândia
Material	Grãos finos de quitosano
Fonte de matéria prima	Cascas de camarão fresco do norte Atlântico
Especificações do Produto	
Grau de desacetilação	> 75%
Massa molecular	624 kDa
Solubilidade	> 99% (solução 1% ácido acético)

Tabela 3: Descrição do ácido acético utilizado.

Descrição do Produto	
Nome	Ácido acético glacial
Fornecedor	Panreac Quimica Sau

Através de vários estudos realizados foi possível verificar que a concentração de 1% de quitosano é a mais recorrente. Dada a irregularidade dos grãos e grau de desacetilação foram estipulados dois períodos de tempo para solubilização do quitosano, 1 hora e 24 horas. [63] [64] [65]

Para que seja possível comparar os dois processos de funcionalização química, a influência dos diferentes agentes ligantes, assim como o período de solubilização, foi utilizada a concentração de quitosano de 1% nos dois processos.

3.1.1.1 Impregnação

Para as amostras quimicamente funcionalizadas por impregnação foram utilizados três agentes ligantes, DMeDHEU, etanedial e HMMM, Tabela 4. Estes compostos divergem no seu grau de toxicidade, uma vez que o DMeDHEU é isento de formaldeído ao contrário do etanedial e HMMM que possuem baixo teor deste composto.

A massa estipulada do banho de impregnação foi de 250 g, necessária para a impregnação das amostras têxteis de 50 x 50 cm². A composição adotada considera a concentração de 1% (m/m) quitosano, 2,5% (m/m) de agente ligante, sendo a restante fração percentual destinada à solução aquosa de 1% de ácido acético (V/V).

Tabela 4: Descrição do dimetildihidroxi etileno ureia, DMeDHEU, do etanedial e do hexametoximetilmelamina, HMMM, utilizados.

Descrição do Produto			
Nome	Fixapret® NF	Glyoxal Solution	Acrafix® ML 200%
Composição	Dimetildihidroxi etileno ureia	Etanedial	Hexametoximetilmelamina
Fornecedor	BASF	Sigma Aldrich	Bayer AG

A metodologia adotada para a elaboração do banho de impregnação consistiu em duas etapas. Na primeira etapa o quitosano foi solubilizado na solução aquosa de ácido acético. Na segunda e última etapa, o agente ligante é adicionado e homogeneizado.

Antes do processo de impregnação determinou-se a percentagem de retenção de banho, Equação 1.

$$\% \text{ retenção de banho} = \frac{m_{\text{húmida}} - m_{\text{seca}}}{m_{\text{seca}}} * 100 \quad \text{Equação 1}$$

Onde $m_{\text{húmida}}$ e m_{seca} representam a massa da amostra após a passagem no *foulard* e antes do processo, respetivamente. Através de estudos prévios foi possível aferir que a percentagem de retenção de banho mais adequada para este processo é de 110%.

A primeira etapa do processo de impregnação foi realizada num *foulard*, *foulard* Mathis, Figura 7, semi-industrial com uma largura útil de 50 cm, sob determinadas condições de pressão e tempo. A conjugação da pressão e do tempo permite controlar a quantidade de banho retido no material têxtil e que terá impacto no comportamento deste após o término do processo. Neste equipamento são controladas as condições de pressão e velocidade de rotação dos rolos pneumáticos que permitem controlar a variável tempo. De forma a garantir a homogeneidade do processo realizaram-se duas passagens no *foulard*.



Figura 7: Foulard Mathis, CITEVE.

As condições de operação do *foulard* utilizadas estão detalhadas na Tabela 5 e na Tabela 6. Os diferentes valores de pressão utilizados nos dois tecidos são resultado da diferente textura destes. O tecido com mistura algodão e poliéster após os tratamentos de preparação revelou a existência de um defeito causado pela diferença tensional entre os fios da teia e trama que originou um espaçamento desordenado das fibras criando mais espaços vazios capazes de reter maior quantidade de banho.

Tabela 5: Condições de operação do *foulard* - tecido de 100% algodão

Agente ligante	DMeDHEU		Etanedral		HMMM	
Tempo de solubilização de quitosano (h)	1	24	1	24	1	24
P (bar)	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
v (m min ⁻¹)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
% Retenção de banho	107,2	107,4	116,9	112,3	107,4	108,1

Tabela 6: Condições de operação do *foulard* - tecido de mistura algodão e poliéster.

Agente ligante	DMeDHEU		Etanedral		HMMM	
Tempo de solubilização de quitosano (h)	1	24	1	24	1	24
P (bar)	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
v (m min ⁻¹)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
% Retenção de banho	110,7	108,3	113,3	108,9	114,0	111,2

Para a segunda e terceira etapas de secagem e termofixação do banho na amostra de material têxtil, recorreu-se ao secador/vaporizador Wermer Mathis AG, Figura 8.

As condições de operação do processo de secagem foram iguais para todas as amostras, Tabela 7, assim com as condições de termofixação, Tabela 8.



Figura 8: Secador/vaporizador Wermer Mathis AG, CITEVE.

Tabela 7: Condições de operação do processo de secagem.

Temperatura (°C)	100
Tempo (min)	15

Tabela 8: Condições de operação do processo de termofixação.

Temperatura (°C)	140
Tempo (min)	5

Na Tabela A VI 1 e Tabela A VI 2 estão descritos os detalhes experimentais no que concerne à massa das amostras assim com concentrações dos compostos utilizados no processo de impregnação.

3.1.1.2 Esgotamento

Para a funcionalização química através do processo de esgotamento recorreu-se ao equipamento de tingimento laboratorial Mathis Labomat BF A 12, Werner Mathis AG, Figura 9. Os agentes ligantes utilizados para este processo foram o etanedial, à semelhança do processo de impregnação, e o sal de poliamida, Tabela 9.

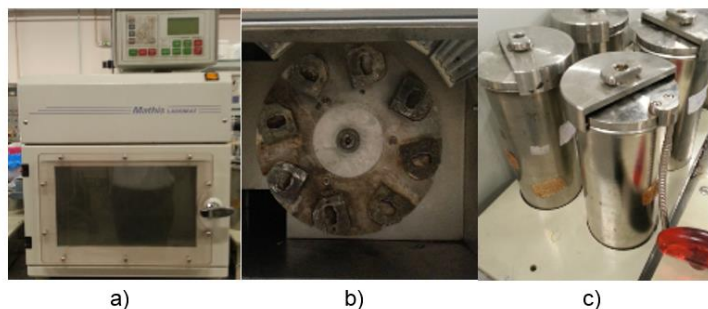


Figura 9: a) Máquina de tingimento laboratorial Mathis Labomat BF A 12, Werner Mathis AG, CITEVE; b) Interior do equipamento; c) Copos de tingimento.

Tabela 9: Descrição do sal de poliamida utilizado.

Descrição do Produto	
Nome	Tanafix SRC
Composição	Sais de poliamida
Fornecedor	Tanatex Chemicals

O processo de esgotamento foi executado em duas etapas. Na etapa inicial submeteram-se as amostras de ambos os tecidos a uma solução aquosa do agente ligante com a concentração de 4%. Após a etapa de cationização deu-se início ao esgotamento do material têxtil com quitosano com concentração de 1%. Na Tabela 10 estão detalhas as condições de operação. O banho utilizado nas diferentes etapas foi ajustado a cada amostra considerada. A concentração dos reagentes foi obtida através a fração mássica do quitosano e do agente ligante face à massa total da amostra e o volume total de solução, em mililitros, corresponde à multiplicação do fator 10 da massa total da amostra.

Tabela 10: Condições de operação da etapa de cationização com o agente ligante.

Etapa	Cationização	Esgotamento
Velocidade de aquecimento ($^{\circ}\text{C min}^{-1}$)	2,5	2,5
Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	30	60
Tempo (min)	20	15
Rotação (rpm)	20	20

Na Figura 10 está representada a evolução de temperatura no processo de esgotamento atendendo às etapas de cationização e de esgotamento com quitosano. Os ensaios iniciaram-se à temperatura ambiente, 15°C , e foram submetidos ao aquecimento para atingir as temperaturas estipuladas para as diferentes etapas. A velocidade de aquecimento é um fator importante no processo uma vez que influencia a forma como os compostos químicos interagem com o material têxtil.

Condições extremas de temperatura resultariam na funcionalização pouco eficaz e pouco uniforme no material. Na Tabela A VI 3 e na Tabela A VI 4 estão descritos os detalhes experimentais no que concerne à massa das amostras assim como concentrações dos compostos utilizados no processo de esgotamento.

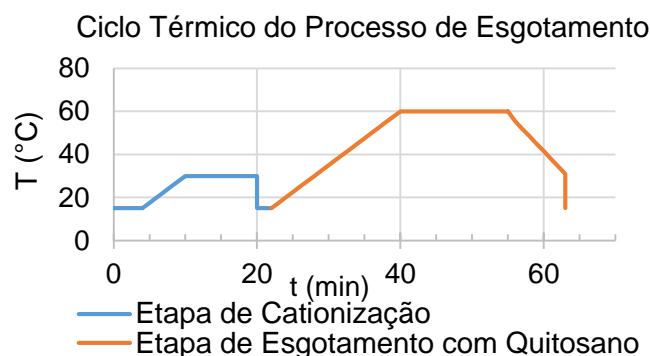


Figura 10: Evolução da temperatura vs. tempo no processo de esgotamento.

3.1.2 Incorporação por Laminagem

O processo de laminagem seguiu um procedimento geral abrangente a todos os ensaios, que consistiu na construção sequencial dos materiais a laminar.

A Erro! A origem da referência não foi encontrada. Figura 11 ilustra a distribuição sequencial dos diferentes materiais selecionados para a construção da estrutura trilaminada têxtil.

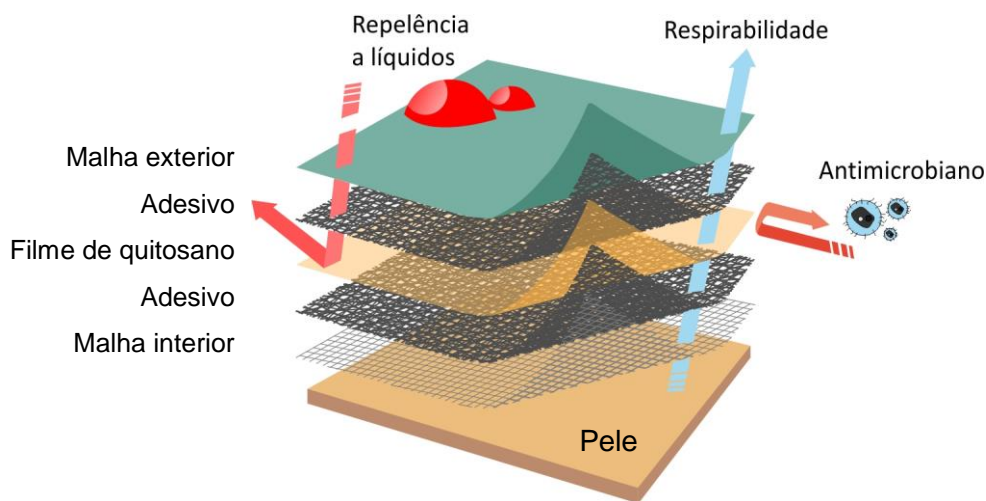


Figura 11: Estrutura têxtil trilaminada utilizada nas zonas críticas da bata cirúrgica.

A distribuição para a construção da estrutura trilaminada seguiu a seguinte ordem, Figura 12: - malha exterior 100% PES; - material adesivo; - filme de quitosano; - material adesivo; malha interior 100% PES. Esta ordem foi considerada para o processo de prensagem utilizado, *flat bed*, onde o aquecimento fornecido é unidirecional.

Malha exterior / Material adesivo / Filme de quitosano / Material Adesivo / Malha interior



Figura 12: Estratificação sequencial das estruturas têxteis e materiais a laminar.

Foram consideradas as diferentes resistências térmicas dos materiais utilizados fazendo com que a malha interior ficasse mais próxima da superfície de aquecimento da prensa, o que permite um maior rigor na determinação dos parâmetros de laminagem.

Na fase inicial de desenvolvimento da estrutura trilaminada realizou-se a seleção do material adesivo. Para tal recorreu-se à realização de amostras com diferentes materiais adesivos indicados por fornecedores, considerando os parâmetros de laminagem recomendados para cada material. A avaliação do efeito de adesividade foi realizada com base na apreciação subjetiva da adesividade aparente entre as estruturas têxteis e o filme de quitosano, após o processo de laminagem, sendo que essa avaliação

foi realizada 24 horas após o processo de laminagem uma vez que é necessário que ocorra a estabilização térmica.

De forma a proteger a amostra e a superfície da prensa recorreu-se à utilização de um papel de proteção, Figura 13.

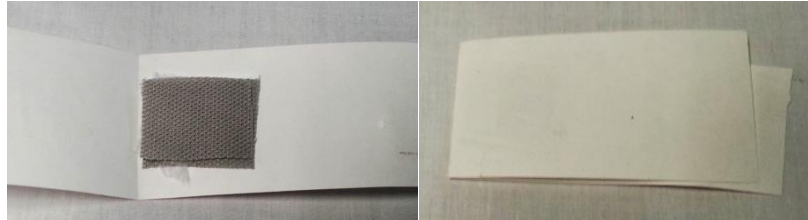


Figura 13: Amostra a laminar e papel de proteção.

O equipamento utilizado para o processo de laminagem *flat bed* foi a prensa pneumática Macpi, Figura 14, onde foi possível controlar os parâmetros de temperatura, pressão e tempo.



Figura 14: Prensa pneumática Macpi com controlo de tempo, pressão e temperatura para laminagem, CITEVE.

No mercado existem vários tipos de adesivos: adesivo rede (referenciados comercialmente como *web*), Figura 15 a), filme, Figura 15 b); filme perfurado, Figura 15 c) e pontos de cola, Figura 15 d).

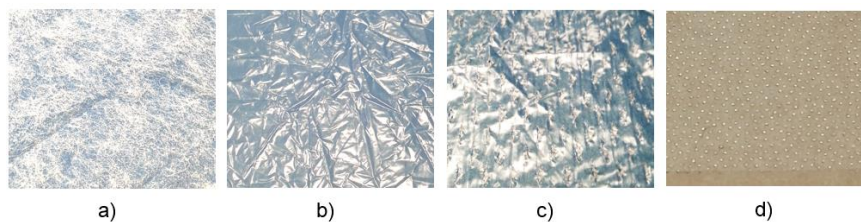


Figura 15: Diferentes tipologias de materiais adesivos: a) Rede; b) Filme; c) Filme perfurado e d) Pontos de cola suportados numa estrutura de papel.

A temperatura é um fator predominante na seleção do adesivo uma vez que o filme de quitosano é termosensível perdendo as suas propriedades mecânicas quando submetido a temperaturas muito altas. A respirabilidade é uma característica desejável

para que as propriedades de conforto da bata cirúrgica cumpram os requisitos normativos e sejam agradáveis ao utilizador.

Na Tabela 11 estão detalhados os materiais adesivos selecionados para os ensaios. Foram utilizadas diferentes composições pelo que a interação entre estes e o filme de quitosano e as malhas de poliéster, que integram a estrutura trilaminada, é diferente. As composições dos materiais utilizados são: poliolefina, PO; etil vinil acetato, EVA; copoliéster, COPES; PU e poliamida, PA.

Tabela 11: Adesivos utilizados nos ensaios de laminagem com filme de quitosano.

Produto	Fornecedor	Composição	Tipo
3x9E24	Protechnic	PO EVA	Filme perfurado
CZ8D25	Protechnic	PO EVA	Rede
ABE 001	AB-Tech	COPES	Rede
ZZ 902	Freudenberg	PU	Rede
Pin Dot 240-06	Freudenberg	PA	Pontos de cola
3B8D20	Protechnic	PO LDPE	Rede
ABO 002	AB-Tech	PO	Rede
ABO 001	AB-Tech	PO	Rede

As amostras selecionadas com adesividade aparente foram submetidas a ciclos de lavagem de forma a avaliar sua solidez.

Após a seleção do material adesivo e determinação dos parâmetros de laminagem adequados, procedeu-se à implementação das estruturas trilaminadas no protótipo de bata cirúrgica reutilizável e antimicrobiana.

O filme de quitosano, Figura 16, em estudo tem dimensões de 30 cm de largura por 30 cm de altura devido à metodologia adotada na sua produção. O desenvolvimento de *design* da bata foi idealizado tendo em consideração estas dimensões e as zonas consideradas críticas.



Figura 16: Amostras do filme de quitosano desenvolvido para o projeto.

As áreas críticas de uma bata cirúrgica correspondem às zonas com maior probabilidade de exposição a fluidos corporais. Na Figura 17 estão representadas as áreas de maior risco de uma bata cirúrgica.

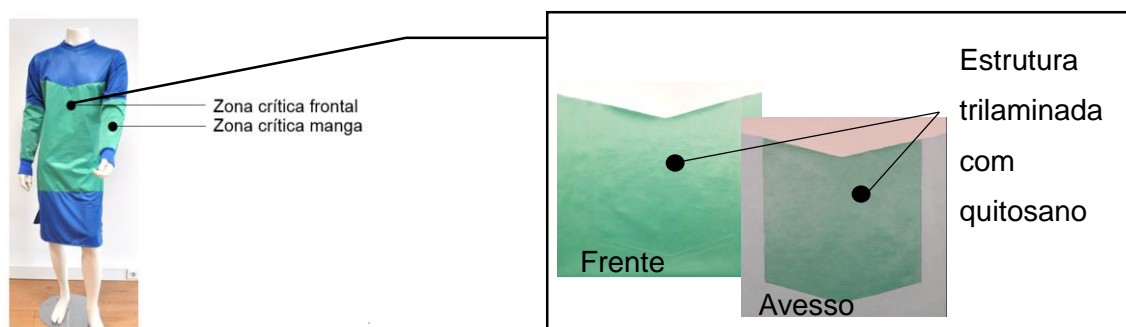


Figura 17: Bata cirúrgica desenvolvida com seleção das zonas críticas e implementação de estruturas trilaminadas com quitosano.

Na Tabela 12 estão descritas as malhas utilizadas como substratos têxteis para a estrutura laminada aplicada na bata cirúrgica.

Tabela 12: Descrição das malhas de PES utilizadas na estrutura trilaminada.

Descrição do Produto	Malha Exterior	Malha Interior
Composição	PES	PES
Fornecedor	Fernando Valente & C. L. ^{da}	Fernando Valente & C. L. ^{da}
Gramagem (g m ⁻²)	200	40
Acabamento	Tingimento à cor verde Repelência a líquidos	---

A malha exterior, Figura 18 a), selecionada foi adquirida com a cor branca e desensimada, pelo que foi apenas necessário proceder aos processos de tingimento à cor verde e acabamento de repelência a líquidos.

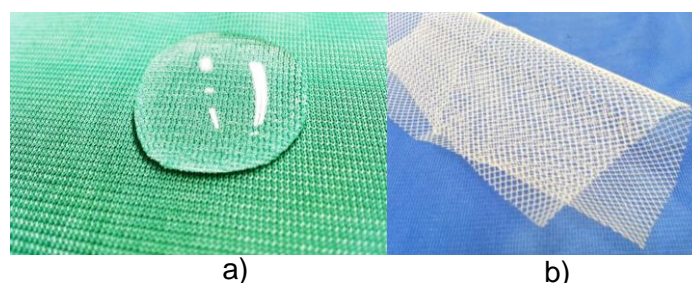


Figura 18: a) Malha exterior de PES tingida e com acabamento de repelência a líquidos; b) Malha interior de PES

A cor verde foi selecionada uma vez que é oposta ao vermelho, cor do sangue. Em contacto com este é criado um elevado contraste e uma melhor reação psicológica quando comparado com cores claras como o branco. À semelhança do verde, a cor azul também é utilizada com o mesmo propósito.

Na Figura 18 b) é apresentada a malha interior utilizada. Esta possui uma estrutura aberta com a finalidade de permitir maior atividade do filme antimicrobiano de quitosano assim como boas propriedades de respirabilidade.

3.1.3 Ciclos de Lavagem

Uma das características preponderantes dos produtos desenvolvidos neste trabalho é a solidez dos materiais com funcionalização química e laminados a ciclos de lavagem, uma vez que se pretende que estes sejam reutilizáveis.

Para efeitos de estudo do comportamento dos diferentes agentes ligantes do processo de funcionalização química submeteram-se as amostras a ciclos de lavagem com a duração de 15 minutos com a temperatura máxima de 60 °C. De forma a ter melhor perceção da evolução do tratamento antimicrobiano das amostras face aos ciclos de lavagem, submeteram-se as amostras a 1, 5, 10, 20, 30, 40 e 50 ciclos de lavagem. O detergente utilizado foi o produto com o nome comercial ECE Phosphate Reference Detergente B, SDC Entreprises Limited, sem branqueador ótico, com concentração de 4% (m/V).

As condições dos ciclos de lavagem estipuladas tiveram como referência as condições utilizadas na lavandaria do Serviço de Utilização Comum dos Hospitais, SUCH. Estas consistem num período de molhagem de 5 minutos à temperatura de 40 °C seguindo-se o processo de lavagem com o período de 10 minutos a 60 °C. Com base nestas condições, estipulou-se que os ciclos de lavagem utilizados na fase experimental do desenvolvimento deste trabalho seriam o período de 15 minutos a uma temperatura de 60 °C.

As metodologias de avaliação qualitativa utilizadas foram a análise antimicrobiana por difusão em agar e o tingimento com um corante reativo que determina a concentração de quitosano. Estes dos métodos foram aplicados às amostras com 0 (zero) e 1 ciclo de lavagem, 60 °C 15 min, com o fim de selecionar as amostras com maior atividade antimicrobiana. Após a seleção do conjunto de amostras quimicamente funcionalizadas procedeu-se à avaliação antimicrobiana quantitativa dessas amostras com 1 e 5 ciclos de lavagem, selecionando qual a amostra com maior poder antimicrobiano. Após a seleção da amostra que oferece maior atividade antimicrobiana realizou-se a avaliação antimicrobiana quantitativa das amostras com 10, 20, 30, 40 e 50 ciclos de lavagem.

3.2 Metodologias de Caracterização

Tendo em consideração que o principal objetivo do desenvolvimento das estruturas têxteis em questão foi a incorporação de propriedades antimicrobianas com solidez a vários ciclos de lavagem/esterilização, aliando propriedades de conforto, definiu-se as seguintes metodologias de caracterização:

- Funcionalização química das estruturas têxteis
 - Métodos qualitativos
 - Atividade antimicrobiana: Difusão em agar (metodologia AATCC 147);
 - Concentração de grupos amina livres: Tingimento com corante reativo;
 - Métodos quantitativos
 - Atividade antimicrobiana: Contacto dinâmico (método de ensaio padrão ASTM E2149-01)
- Estruturas têxteis trilaminadas com quitosano
 - Métodos qualitativos
 - Avaliação subjetiva da adesividade aparente;
 - Métodos quantitativos
 - Atividade antimicrobiana: Contacto dinâmico (método de ensaio padrão ASTM E2149-01)
 - Propriedades de conforto (ISO 11092)

Considerando o elevado número de amostras com quitosano incorporado por funcionalização química, a determinação quantitativa da atividade antimicrobiana de todas as amostras seria um processo muito demorado e dispendioso pelo que foi necessário recorrer a metodologias de avaliação qualitativa.

A caracterização da amostra trilaminada de quitosano consistiu na determinação da atividade antimicrobiana, pelo método quantitativo, propriedades de resistência térmica e resistência evaporativa. Foi também desenvolvida uma estrutura trilaminada com um filme de PU, frequentemente utilizado em aplicações têxteis, em substituição do filme de quitosano com o propósito de comparar as características da estrutura de quitosano com as já disponíveis no mercado.

3.2.1 Métodos Qualitativos

Visto que para a funcionalização química foi produzido um elevado número de amostras tendo em consideração processos de acabamento, parâmetros e tipo de agentes ligantes, optou-se por realizar um teste preliminar no sentido da seleção de amostras funcionalizadas com maior potencial de atividade antimicrobiana. As metodologias selecionadas foram as seguintes.

3.2.1.1 Atividade Antimicrobiana – Difusão em Agar

O teste realizado seguiu os procedimentos da metodologia AATCC 147 que consistiu em mergulhar uma ansa no meio de cultura com uma determinada concentração de unidades formadoras de colónias, UFC, em seguida traçar cinco linhas no meio de agar, por ordem, de cima para baixo, sem voltar a mergulhar a ansa na

solução novamente. Cada traço do primeiro para o quinto terá menor concentração de UFC e por isso uma maior carência e distribuição das colônias de linha para linha. O teste avalia a atividade antimicrobiana pela distância existente entre as colônias de bactérias e a amostra de substrato têxtil, assim como pela inexistência de crescimento bacteriano no meio de agar coberto pela amostra têxtil [17] [29] [66].

Os resultados são influenciados pela capacidade de migração do composto antimicrobiano para o meio do agar [17] [29] [66]. Uma vez que o quitosano estabelece interações covalentes com a fibra de algodão por intermédio do agente ligante, a capacidade de migração pode ficar comprometida.

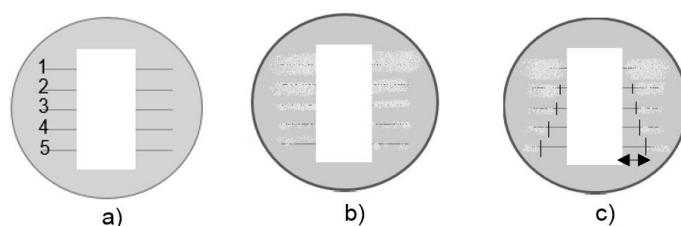


Figura 19: Metodologia de Difusão em Agar. a) Esquematização do ensaio; b) Sem atividade antimicrobiana; c) Com atividade antimicrobiana. Adaptado de [66].

3.2.1.2 Concentração de Grupos Amina Livres – Tingimento com Corante Reativo

As propriedades antimicrobianas adquiridas pela incorporação do quitosano são uma consequência da existência de grupos amina livres na estrutura têxtil. Uma das metodologias que permitiu avaliar a presença de grupos amina livres nas fibras do substrato têxtil funcionalizado foi promover a interação desses mesmos grupos com um corante seletivo.

A lã é uma fibra natural de origem animal e tem na sua composição química dezoito aminoácidos diferentes constituintes das cadeias proteicas da fibra. Os grupos funcionais periféricos das cadeias proteicas são os grupos ácidos carboxílicos, $-\text{COOH}$ e aminas, $-\text{NH}_2$. Em meio ácido estes grupos sofrem ionização possibilitando a formação de ligações iônicas com os grupos sulfônicos dos corantes: $-\text{NH}_3^+ :: \text{SO}_3^-$. À semelhança da lã, o quitosano possui grupos amina que sofrem ionização quando sujeito a um meio ácido. No mercado existem vários produtos corantes de fibras de lã que interagem com a fibra somente pela ligação com os grupos amina dos aminoácidos [67].

O composto químico utilizado para a identificação do quitosano é o corante reativo vermelho 66, com fórmula química $\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{BrN}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$, Figura 20, com concentração de 2% (relativa à massa da amostra). O produto utilizado foi o LANASOL® Red5B do fornecedor Huntsman. Este é um corante que possui grupos sulfurosos e um ou dois

grupos bromoacrilamida reativos desenvolvidos especificamente para tingimento de lã que formam ligações covalente com os grupos amina dos aminoácidos [68].

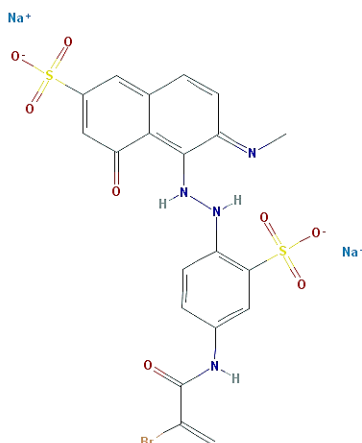


Figura 20: Estrutura química do corante reativo vermelho 66 [69].

O processo de tingimento foi realizado equipamento de tingimento laboratorial Mathis Labomat BFA12, Werner Mathis AG, Figura 9 sob as condições de temperatura representadas na Figura 21 e descritas na Tabela 13.

Tabela 13: Condições de operação da do processo de tingimento.

Velocidade de aquecimento ($^{\circ}\text{C min}^{-1}$)	3
Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	60
Tempo (min)	60
Rotação (rpm)	20

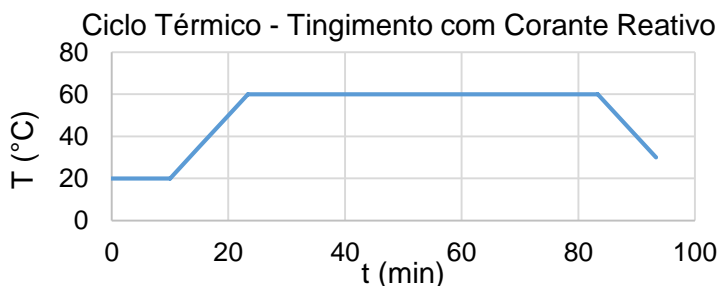


Figura 21: Evolução da temperatura vs. tempo no processo de tingimento.

Quanto maior a concentração de grupos amina livre nas fibras das amostras quimicamente funcionalizadas mais intensa será a cor, pelo que maior será a concentração de corante ligado a esses mesmos grupos. É possível quantificar indiretamente a concentração de quitosano nas amostras pela medição dos valores de K/S do comprimento de onda associado à cor da amostra. Existe uma relação entre a refletância de uma amostra e a sua concentração de corante. Como a avaliação no máximo de absorção (comprimento de onda máximo de absorção) é suficiente para fins de medição de cor, a concentração de corante num substrato têxtil pode ser determinada de forma simples e sem recorrer a numerosos tingimentos padrão [70].

Um substrato têxtil opaco não só absorve como também dispersa a luz incidente. A razão entre o coeficiente de absorção da luz, K , e o coeficiente de dispersão da luz, S , está relacionada com a refletância da luz, R , do substrato opaco num determinado comprimento de onda. Em substratos têxteis, K é determinado através do corante e S pelo substrato. A intensidade da cor de um material têxtil está relacionada com a concentração de corante como indica a Equação 2 [70].

$$K/S = (1 - R)^2 / 2R = A \cdot C \quad \text{Equação 2}$$

A corresponde ao coeficiente de absortividade de refletância do corante; C à concentração molar de corante. O coeficiente de absortividade de refletância é uma constante de proporcionalidade entre K/S e C , determinada experimentalmente e depende do corante utilizado, condições de tingimento, substrato têxtil e do comprimento de onda, sendo contudo, independente da concentração, admitindo valores reduzidos de C [70].

Para a medição dos valores de K/S das amostras recorreu-se ao espectroscópio Spectraflash SF450®, DataColor International, Figura 22, no modo de refletância e à aplicação informática DCI ColorTolls. Foram realizadas três leituras em diferentes orientações do tecido para cada amostras e considerou-se a ponderação média das leituras, de forma a obter um resultado fiável uma vez que são registadas diferentes valores de K/S nas direções teia e trama.



Figura 22: Espectroscópio Spectraflash SF450®, CITEVE.

3.2.2 Métodos Quantitativos

3.2.2.1 Atividade Antimicrobiana – Contacto Dinâmico

O método de determinação quantitativa da atividade antimicrobiana dos substratos têxteis tratados é mais demorado relativamente ao método qualitativo referido.

A avaliação dinâmica da atividade antimicrobiana foi realizada de acordo com o método de ensaio padrão, ASTM E2149-01, com modificações nos intervalos de tempo considerados. Teve o objetivo de quantificar a redução de microrganismos no meio provocada pela ação do composto antimicrobiano num determinado período de tempo. Rodelas de 4,8 cm de tecido quimicamente funcionalizado e de estruturas trilaminadas com filme de quitosano foram inoculadas com 1 ml de uma suspensão contendo

$1,39 \cdot 10^5$ CFU ml⁻¹ de bactérias *S. aureus* e incubadas a 37 °C. A contagem padrão em placas foi realizada para cada amostra com pontos temporais de recolha de 0 (zero) e 24 horas de incubação. A taxa percentual de inibição, η , é calculada pela Equação 3.

$$\eta = \frac{N_1 - N_2}{N_1} * 100 \quad \text{Equação 3}$$

Na Equação 3, N_1 e N_2 representam o número de colónias nas placas antes e depois da interação com a amostra com acabamento antimicrobiano respetivamente.

3.2.2.2 Características de Conforto

O conforto é a sensação de prazer bem-estar e satisfação, proporcionado pela harmonia fisiológica, psicológica e física, provocada pela conjugação complexa de variadas características. No que diz respeito a vestuário de proteção existem quatro tipos de conforto, o térmico ou termofisiológico, sensorial, aptidão do vestuário e psicológico. O conforto termofisiológico traduz o estado térmico e de humidade à superfície que envolve a transferência de calor e de vapor de água através dos materiais têxteis ou do vestuário e depende das propriedades de resistência térmica, resistência evaporativa, índice de permeabilidade térmica ao vapor de água e permeabilidade ao ar. O conforto sensorial é avaliado pela sensação provocada pelo têxtil quando entra em contacto com a pele, podendo esta ser descrita por irritação por “comichão” ou “formigueiro”, dureza, rigidez ou suavidade. Envolve um grande número de fatores diferentes pelo que a sua previsão é bastante complexa assim como a sua avaliação. A metodologia mais utilizada consiste na avaliação das propriedades de tensão, cisalhamento, flexão, compressão e atrito à superfície. A sensação de aptidão do vestuário é avaliada pela sensação de aperto e desconforto resultante do tamanho e proporções da peça assim como o seu peso. O conforto psicológico é bastante importante para o utilizador e consiste na sua perceção de proteção adquirida com a utilização do estuário de proteção [6].

Na prática, os parâmetros de conforto do vestuário de proteção mais relevantes são o termofisiológico e a aptidão. O conforto sensorial desempenha um papel secundário desde que o material têxtil não provoque problemas de fricção ou alergias. Para a avaliação das propriedades de conforto termofisiológico permitidas pelas estruturas trilaminadas utilizadas nas batas cirúrgicas, recorreu-se aos testes laboratoriais de resistência térmica, R_{ct} , e de resistência evaporativa, R_{et} [6].

3.2.2.2.1 Resistência Térmica e Evaporativa

O isolamento térmico e a resistência evaporativa de uma ou várias camadas têxteis foram avaliados com a metodologia *skin model*. Esta consistiu na simulação das

condições de transpiração da pele através de um prato de aquecimento elétrico localizado numa câmara de condições climáticas controladas onde amostras quadradas, com dimensões específicas, foram colocadas fazendo-se circular ar a uma temperatura, humidade relativa e velocidade definidas, Figura 23 [6].

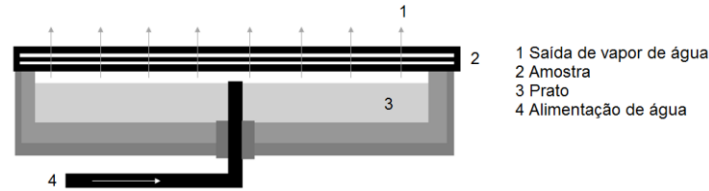


Figura 23: Representação esquemática da tecnologia skin model. Adaptado de [6].

Os ensaios foram realizados por um laboratório certificado segundo a norma ISO 11092. A resistência térmica traduz a capacidade de reter calor e é expressa nas unidades $\text{m}^2 \text{K W}^{-1}$. É determinada através da energia fornecida em regime estacionário, Q , da diferença de temperaturas entre o ar no canal de vento, $T_a = 20^\circ \text{C}$ e o sistema de skin model, T_s , e da área da superfície da amostra, A , Equação 4 [6].

$$R_{ct} = A * \frac{T_s - T_a}{Q} \quad \text{Equação 4}$$

A determinação da resistência evaporativa traduz a capacidade do material de reter vapor de água e é realizada em condições isotérmicas. Recorre-se à utilização de uma membrana permeável apenas ao vapor de água para evitar a ocorrência de condensação e contacto direto com água na superfície das amostras o que influenciará os resultados. Esta propriedade é expressa nas unidades $\text{m}^2 \text{Pa W}^{-1}$ e é determinada através da energia fornecida em regime estacionário, Q , da diferença dos valores de pressão parcial de vapor de água verificados no canal de vento, p_a , e no sistema skin model, p_s , e da área da superfície da amostra, A , Equação 5 [6].

$$R_{et} = A * \frac{p_s - p_a}{Q} \quad \text{Equação 5}$$

O índice de permeabilidade ao vapor de água, i_m , indica a transferência de calor por evaporação máxima permitida pelo material em relação ao máximo ideal de uma superfície (pele) não coberta, Equação 6. Varia geralmente de cerca de 0,50 para um manequim nu para cerca de 0,05 para um conjunto impermeável com uma baixa resistência térmica e elevada resistência por evaporação.

$$i_m = \frac{R_{ct}/R_{et}}{LR} \quad \text{Equação 6}$$

Na Equação 6, LR representa a relação de Lewis que equivale a $16,65^\circ \text{C kPa}^{-1}$.

4 Apresentação e Discussão de Resultados

Neste capítulo encontram-se detalhados os resultados obtidos bem como a sua discussão no decorrer do projeto de incorporação de quitosano em materiais têxteis. É feita a distinção entre os métodos qualitativos e quantitativos utilizados assim como o tipo de processo utilizado para a incorporação do quitosano, funcionalização química e laminagem.

4.1 Incorporação por Funcionalização Química

4.1.1 Métodos Qualitativos

Os métodos qualitativos utilizados na caracterização das amostras quimicamente funcionalizadas tiveram como objetivo a seleção daquelas com maior potencial antimicrobiano para posterior análise quantitativa, que por sua vez, requer processos demorados e dispendiosos. Foram submetidas as amostras detalhadas nas Tabela 14 e Tabela 15, com 0 (zero) e 1 ciclo de lavagem, a ensaios de avaliação de atividade antimicrobiana por difusão em agar e tingimento reativo para avaliação da concentração de quitosano ativo.

Tabela 14: Amostras funcionalizadas por impregnação.

Agente ligante	Tempo de solubilização do quitosano (h)	Substrato têxtil
<ul style="list-style-type: none"> • DMeDHEU • Etanedial • HMMM 	1	100% CO
		50% CO / 50% PES
	24	100% CO
		50% CO / 50% PES
	Amostra de controlo	100% CO
		50% CO / 50% PES

Tabela 15: Amostras funcionalizadas por esgotamento.

Agente ligante	Tempo de solubilização do quitosano (h)	Substrato têxtil
<ul style="list-style-type: none"> • Etanedial • Sal de PA 	1	100% CO
		50% CO / 50% PES
	24	100% CO
		50% CO / 50% PES
	Amostra de controlo	100% CO
		50% CO / 50% PES

4.1.1.1 Atividade Antimicrobiana – Difusão em Agar

A existência da atividade antimicrobiana das amostras consideradas foi avaliada pelo distanciamento e escassez das colónias presentes no meio de cultura. Os resultados obtidos foram comparados entre si, destacando-se as amostras com maior atividade antimicrobiana. Sendo estas as amostras impregnadas com o agente ligante

DMeDHEU com 1 ciclo de lavagem, e as amostras de esgotamento com etanedral. Os melhores resultados foram verificados nos tecidos compostos por 100% algodão.

Tabela 16: Ensaio de difusão em agar com amostras impregnadas com QTS e DMeDHEU.


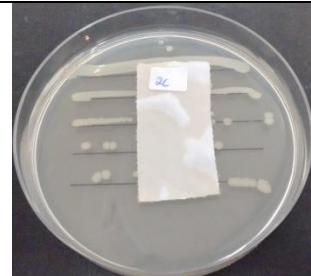




Amostras de 100% CO impregnadas com QTS (solubilização de 1 h) e DMeDHEU	
0 (zero) ciclos de lavagem	1 Ciclo de lavagem - melhor resultado
	

Tabela 17: Ensaio de difusão em agar com amostras de esgotamento com etanedral.

Amostras de 100% CO de esgotamento com QTS (solubilização de 1 h) e etanedral	
0 (zero) Ciclos de lavagem - melhor resultado	1 Ciclo de lavagem
	
Amostras de 100% CO de esgotamento com QTS (solubilização de 24 h) e etanedral	
0 (zero) Ciclos de lavagem	1 Ciclo de lavagem - melhor resultado
	

Esta metodologia permitiu, na fase inicial, realizar uma seleção preliminar das amostras com maior atividade antimicrobiana. Avançando assim para a fase de avaliação da atividade quantitativa da atividade antimicrobiana com menor número de amostras. Aliado a isto permitiu comprovar a existência de atividade antimicrobiana das amostras não requerendo ajustes nos processos ou realização de novas amostras.

4.1.1.2 Concentração de Grupos Amina – Tingimento com Corante Reativo

Como referido anteriormente, a atividade antimicrobiana dos tecidos impregnados com quitosano é resultado da existência de grupos amina livres disponíveis na fibra têxtil. Estes grupos, por sua vez, estabelecem exclusivamente interações com o corante reativo referido. Ao submeter as diferentes amostras a um processo de tingimento, resultaram diferentes intensidades de cor, provocadas pelas diferentes concentrações de grupos amina livres disponíveis nas fibras, influenciadas por diferentes condicionantes como a composição do substrato têxtil, agente ligante utilizado e tempo de solubilização do quitosano. Os valores de K/S são diretamente proporcional à concentração molar pelo que é possível avaliar a mesma de grupos amina livres no substrato têxtil e consequentemente a relação com atividade antimicrobiana.

Foram medidos e registados os valores de K/S de cada amostra considerada nos ensaios qualitativos, como demonstra a Figura 24 (consultar Anexo VIII). Foi registado o valor máximo de todas as amostras, o qual corresponde ao comprimento de onda, λ , de 540 nm, com exceção das amostras de controlo cujo máximo corresponde ao comprimento de onda de 570 nm.

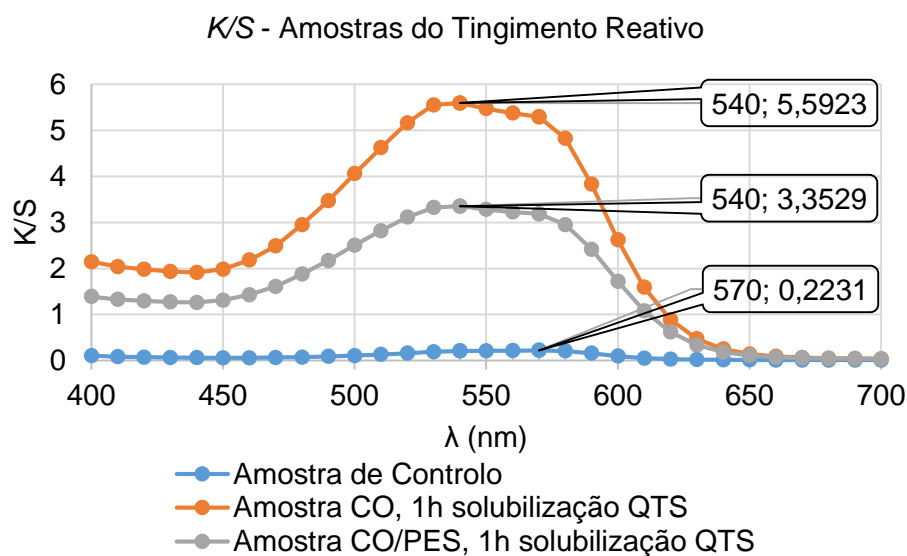


Figura 24: Valores de K/S registados das amostras impregnadas com quitosano (com 1 h de solubilização) e DMedHEU e respetiva amostra de controlo, com os tecidos de CO e CO/PES.

O facto do comprimento de onda correspondente ao valor máximo de K/S das amostras consideradas e da respetiva amostra de controlo variar prende-se com a variação da intensidade de cor. Diferentes cores e intensidades de cor do espectro da

radiação visível são causadas por diferentes comprimentos de onda emitidos ou absorvidos pela matéria.



















De forma a ser possível comprar os resultados obtidos das diferentes amostras, foi necessário avaliar o contraste entre estas e as respetivas amostras de controlo. Para isso considerou-se o valor de K/S correspondente ao comprimento de onda de 540 nm de todas as amostras e de seguida subtraiu-se o valor de K/S das amostras de controlo respetivas. Assim foi possível avaliar a influência exclusiva do quitosano, isto é, grupos amina livres, nos substratos têxteis considerados no estudo.

Na Tabela 18 e na Tabela 19 encontram-se os resultados obtidos referentes às amostras impregnadas com quitosano detalhando o valor máximo de K/S para o comprimento de onda de 540 nm assim como a imagem da amostra após o processo de tingimento. Com os resultados obtidos foram elaborados diagramas de barras, representados nas Figura 25 e Figura 26.

Através dos resultados apresentados concluiu-se que as amostras de 100% CO possuem maior concentração de corante comparativamente com as amostras de mistura de algodão e poliéster, com exceção das amostras impregnadas com agente ligante etanedial. Indicando que, os agentes ligantes, com exceção do etanedial, estabelecem ligações preferencialmente com as fibras celulósicas do que com as fibras sintéticas de poliéster. O oposto verificou-se nas amostras impregnadas com etanedial, contudo, após o primeiro ciclo de lavagem os resultados foram invertidos, podendo concluir-se que o acabamento nas fibras de poliéster é mais vulnerável a este processo. Verificou-se também um aumento considerável dos valores de K/S das amostras de algodão, isto é, registou-se um aumento de grupos amina livres na superfície da fibra, o que é explicado pelo facto do ciclo de lavagem remover excesso de acabamento depositado no substrato têxtil impedindo a interação do corante com os grupos amina do quitosano.

Verificou-se que as amostras com maior concentração de corante foram as submetidas ao processo de impregnação com a solução de quitosano com o período de solubilização de 1 hora. No que diz respeito à influência dos agentes ligantes foi possível concluir que o DMeDHEU permitiu maior concentração de grupos amina livres presentes nas cadeias de quitosano, assim como maior solidez aos ciclos de lavagem, face aos restantes agentes ligantes utilizados, revelando apenas uma pequena variação nas amostras de mistura de algodão e poliéster. O agente HMMM permitiu menor concentração de grupos amina livres na superfície das fibras têxteis, apresentando ainda um decréscimo deste parâmetro após o primeiro ciclo de lavagem.

Tabela 18: K/S máximo - Amostras impregnadas - 0 (zero) ciclos de lavagem.

Agente Ligante	HMMM		DMeDHEU		Etanedial		
Tempo de solubilização do quitosano (h)	Estruturas têxteis						
	100% CO	50%CO/50%PES	100% CO	50%CO/50%PES	100% CO	50%CO/50%PES	
1							
	3,8131	2,8855	5,5923	3,3529	2,7736	1,6293	K/S
24							
	2,6959	3,2978	5,0032	3,1724	2,6030	1,5915	K/S
Amostra de Controlo							
	0,2306	0,2036	0,2087	0,1776	0,2065	0,1320	K/S

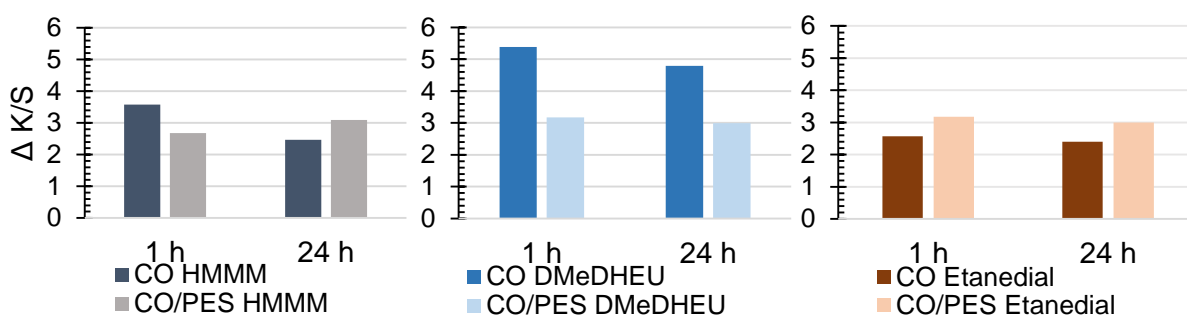




















Figura 25: Variação de K/S - Amostras impregnada - 0 (zero) ciclos de lavagem.

Tabela 19: K/S máximo - Amostras impregnadas - 1 ciclo de lavagem.

Agente Ligante	HMMM		DMeDHEU		Etanedial		
Tempo de solubilização do quitosano (h)	Estruturas têxteis						
	100% CO	50%CO/50%PES	100% CO	50%CO/50%PES	100% CO	50%CO/50%PES	
1							K/S
	4,0149	2,5926	5,8730	3,2765	4,9221	2,8295	
24							K/S
	3,9780	3,9812	5,1611	2,4387	4,4183	1,9756	
Amostra de Controlo							K/S
	1,6384	1,0288	0,6851	0,5633	0,7608	0,4489	

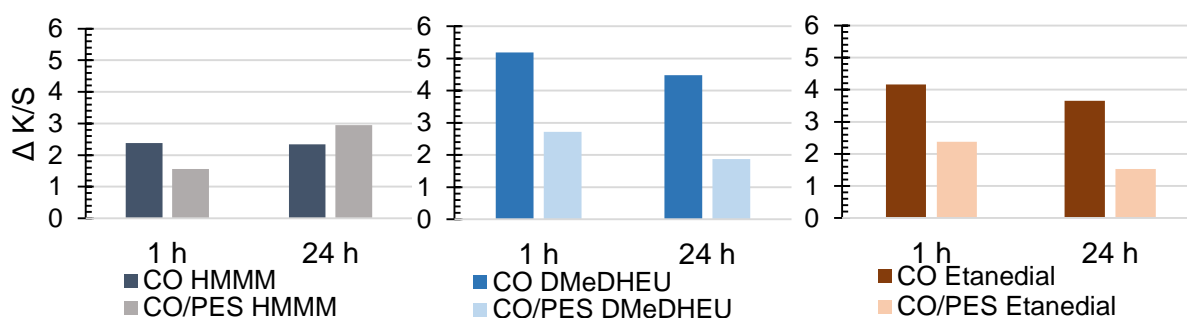














Figura 26: Variação de K/S - Amostras impregnada - 1 ciclo de lavagem.

Tabela 20: K/S máximo - Amostras de esgotamento - 0 (zero) ciclos de lavagem.

Agente Ligante	Etanedral		Sal de poliamida		
Tempo de solubilização do quitosano (h)	Estruturas têxteis				
	100% CO	50%CO/ 50%PES	100% CO	50%CO/ 50%PES	
1					K/S
	0,7577	0,8659	3,3323	4,7935	
24					K/S
	0,4306	0,5083	1,6258	1,1698	
Amostra de Controlo					K/S
	0.2094	0.2127	2.3771	0.3125	

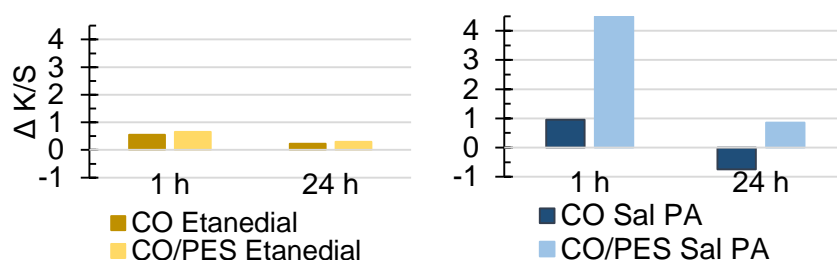














Figura 27: Variação de K/S - Amostras de esgotamento - 0 (zero) ciclos de lavagem.

Tabela 21: K/S máximo - Amostras de esgotamento – 1 ciclo de lavagem.

Agente Ligante	Etanedral		Sal de poliamida		
Tempo de solubilização do quitosano (h)	Estruturas têxteis				
	100% CO	50%CO/ 50%PES	100% CO	50%CO/ 50%PES	
1					K/S
	0,9527	1,5141	3,8217	4,2392	
24					K/S
	0,9134	1,1229	2,1632	1,639	
Amostra de Controlo					K/S
	0,6803	0,571	2,9149	0,5003	

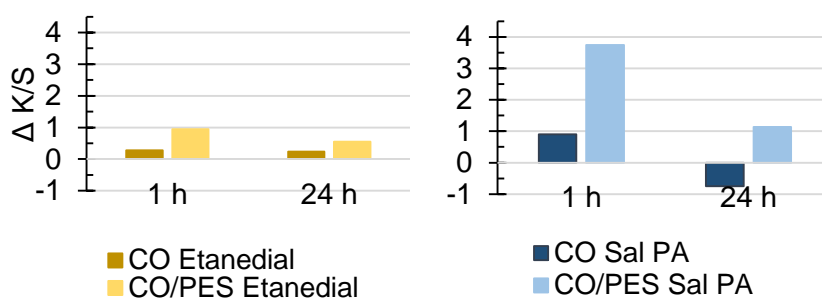


Figura 28: Valores de K/S - Amostras de esgotamento - 1 ciclo de lavagem.

Na Tabela 20 e na Tabela 21 encontram-se os resultados obtidos das amostras de esgotamento com quitosano, onde estão detalhados os valores máximos de K/S para o comprimento de onda de 540 nm assim como a fotografia da amostra após o processo de tingimento. Com os resultados obtidos foram elaborados diagramas de barras, representados na Figura 27 e Figura 28.

As amostras de controlo de algodão submetidas ao processo de esgotamento com sal de PA apresentam maior valor de K/S face às respetivas amostras funcionalizadas com quitosano, podendo concluir-se que, assim como os grupos amina livres presentes no quitosano, o sal de PA também estabelece ligações com o corante reativo. Devido a este fator não foi possível caracterizar este grupo de amostras através desta metodologia. No que diz respeito às amostras quimicamente funcionalizadas com o agente ligante etanedial, apurou-se que não apresentam valores elevados de concentração de grupos amina livres na superfície das fibras têxteis, sendo estes inferiores após o ciclo de lavagem, com exceção das amostras de mistura algodão poliéster que apresentam um ligeiro aumento. Quanto à influência das condições de solubilização do quitosano na solução de ácido acético, as amostras que apresentaram valores superiores de K/S foram as amostras funcionalizadas com quitosano solubilizado no período de 1 hora.

Este método permitiu comprovar a existência de grupos amina livres nas cadeias poliméricas de quitosano ligadas às fibras têxteis, que por sua vez proporcionam atividade antimicrobiana. Contudo, este método apresentou problemas de reprodutibilidade uma vez que o processo de tingimento está sujeito a grandes incertezas relacionadas com a quantidade de corante utilizado em cada grupo de amostras. As amostras utilizadas apresentaram massas com valores muito reduzidos, sendo suscetíveis a grandes variações resultantes da humidade presente na atmosfera absorvida pelas fibras de algodão.

4.1.2 Métodos Quantitativos

Os testes de caracterização quantitativos foram realizados para as amostras quimicamente funcionalizadas selecionadas pelos métodos qualitativos. Sendo estas as amostras de 100% CO impregnadas com o agente ligante DMedHEU com quitosano solubilizado com 1 hora (destacada por ambos os métodos qualitativos) e as amostras de 100% CO e 50% CO / 50% PES impregnadas com o agente ligante etanedial com quitosano solubilizado com 1 hora (destacadas pelo método do tingimento com corante reativo). Relativamente às amostras de esgotamento foram selecionadas as amostras de 100% CO com quitosano solubilizado numa hora e 50% CO / 50% PES com

quitosano solubilizado numa hora e em 24 horas (destacadas pelo método de difusão em agar), Tabela A VIII 21.

4.1.3 Atividade Antimicrobiana – Contacto Dinâmico

Os resultados obtidos referentes à redução bacteriana proporcionada pelas amostras quimicamente funcionalizadas encontram-se detalhados na Tabela 22.

Tabela 22: Redução percentual da atividade bacteriana, da estirpe S. aureus, nas amostras quimicamente funcionalizadas com 1 e 5 ciclos de lavagem.

Processo	Agente ligante	Tempo de solubilização do quitosano (h)	Substrato têxtil	% Redução Bacteriana	
				Ciclos de Lavagem	
				1	5
Impregnação	DMeDHEU	1	100% CO	0,0	99,4
		Amostra de controlo	100% CO	90,5	91,7
	Etanedral	1	100% CO	0,0	74,1
			50% CO / 50% PES	80,9	65,8
		Amostra de controlo	100% CO	92,4	83,5
			50% CO / 50% PES	1,7	62,5
Esgotamento	Etanedral	1	100% CO	38,8	88,3
			50% CO / 50% PES	0,0	3,4
		24	100% CO	63,7	0,0
			100% CO	60,3	0,0
		Amostra de controlo	100% CO	60,3	0,0
			50% CO / 50% PES	94,2	0,0

Após a análise dos resultados obtidos foram selecionadas as amostras com maior percentagem de redução bacteriana, sendo estas as amostras submetidas ao processo de impregnação com os agentes ligantes DMeDHEU e etanedral, no substrato têxtil de algodão e com o período de solubilização de quitosano de 1 hora. Procedeu-se à realização dos restantes ciclos de lavagem estipulados para as duas amostras selecionadas.

As percentagens de redução bacteriana registadas são nulas, revelando que não há atividade antimicrobiana nas amostras consideradas. Estas permitem um crescimento bacteriano bastante acentuado, Tabela 23, o que não é um resultado desejável, revelando que os métodos de incorporação por funcionalização química considerados não têm solidez a ciclos de lavagem.

Tabela 23: Crescimento percentual da atividade bacteriana, da estirpe S. aureus, verificada nas amostras quimicamente funcionalizadas.

Processo	Agente ligante	Tempo de solubilização do quitosano (h)	Substrato têxtil	% Crescimento Bacteriano				
				Ciclos de Lavagem				
				10	20	30	40	50
Impregnação	DMeDHEU	1	100% CO	99,8	94,4	94,9	94,0	94,9
	Etanedral	1	100% CO	86,6	92,9	92,7	88,3	86,8

Os resultados de atividade antimicrobiana obtidos nas amostras com 5 ciclos de lavagem revelam que a estrutura final obtida do processo de funcionalização química é regida por dois fatores. Primeiramente as amostras não possuem atividade antimicrobiana pois existe um excesso de acabamento na superfície das fibras limitando o contacto do agente antimicrobiano ligado a estas e os seres microbiológicos, que resultando numa redução bacteriana nula. Posteriormente, com a realização de ciclos de lavagem, o excesso depositado na superfície das fibras têxteis é removido permitindo o contacto entre o quitosano e os microrganismos, resultando na redução bacteriana desejada. É de salientar que a amostra impregnada com o agente ligante DMeDHEU promove a redução bacteriana de 99,4%, o que traduz um resultado bastante satisfatório. Contudo, após os 5 ciclos de lavagem não é verificada qualquer atividade antimicrobiana, podendo concluir-se que o quitosano assim como o restante acabamento de funcionalização é removido, concluindo-se assim que as amostras não possuem solidez aos ciclos de lavagem.

Existem vários fatores preponderantes na influência dos resultados finais obtidos. As condições de lavagem como a temperatura, agitação e detergente utilizados podem ter uma ação abrasiva excessiva sobre as amostras, promovendo a remoção prematura do acabamento antimicrobiano. De forma a promover maior solidez face aos ciclos de lavagem é possível estudar e otimizar vários parâmetros dos processos de funcionalização química como a utilização de vários agentes ligantes em simultâneo ou de concentrações mais elevadas, concentração de quitosano, temperatura do processo de esgotamento e cationização assim como do banho de impregnação e da etapa de termofixação. Estes parâmetros têm influência direta na interação do quitosano com as fibras têxteis, podendo estas ser mais duradouras.

É possível recorrer a várias metodologias para a avaliação das interações químicas estabelecidas entre o acabamento de funcionalização química e as fibras têxteis, como a espectroscopia IV com transformada de Fourier que permite avaliar as ligações e a quantificação de material presente. Estudos realizados implementaram esta abordagem para a caracterização de amostras funcionalizadas com quitosano e etanedial sustentado a sua interação química, Figura A V 2 [71].

4.2 Incorporação por Laminagem

4.2.1 Seleção do Material Adesivo

Após os ensaios de laminagem com o filme de quitosano foi possível selecionar o adesivo mais adequado para o processo através da avaliação subjetiva da adesividade

aparente entre os materiais. Sendo este o adesivo rede com composição PO EVA. Na Tabela 24 estão detalhados os parâmetros de laminagem.

Tabela 24: Condições de laminagem da estrutura trilaminada com o filme de quitosano

Laminagem do Adesivo Rede PO EVA, CZ8D25 Protechnic	
Temperatura (°C)	125
Pressão (bar)	4
Tempo (s)	30

Os adesivos filme foram eliminados da seleção uma vez que são impermeáveis ao vapor de água, isto é, não conferem propriedades de respirabilidade. A estrutura em rede permite maior respirabilidade face ao filme perfurado com a mesma composição. O polímero EVA tem propriedades antimicrobianas pelo que se torna favorável a sua aplicação na estrutura trilaminada de proteção da bata cirúrgica. Na Tabela A VIII 22 estão descritos os resultados obtidos dos ensaios de seleção do material adesivo mais adequado.

Na Figura 29 encontram-se exemplares de amostras avaliadas nos ensaios de adesividade.

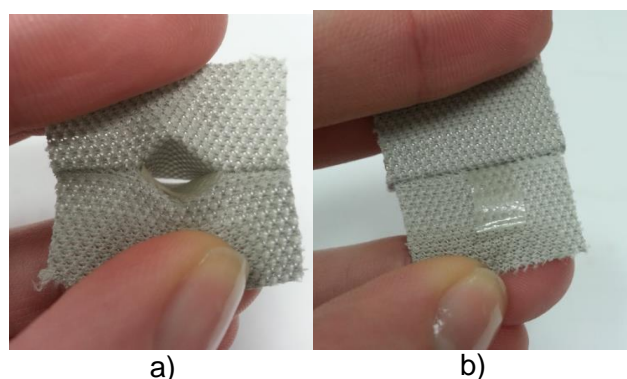


Figura 29: Amostras de estruturas têxteis trilaminadas. a) Sem adesividade aparente; b) Com adesividade aparente.

As amostras sujeitas a diferentes ciclos de lavagem, 0 (zero), 5 e 10, encontram-se na Tabela A VIII 23. Ao longo dos ciclos de lavagem as amostras revelaram o aumento de rigidez e deformação.

4.2.2 Métodos Quantitativos

4.2.2.1 Atividade Antimicrobiana – Contacto Dinâmico

Na Tabela 25 estão detalhados os resultados obtidos das propriedades antimicrobianas das estruturas trilaminadas com o filme de quitosano e com o filme de PU. Verificou-se que os resultados são bastante satisfatórios pelo que é proporcionada uma redução de cerca de 94% da população bacteriana sujeita à presença da estrutura com o filme de quitosano. Como previsto, o filme de PU não tem qualquer atividade antimicrobiana.

Tabela 25: Redução percentual da atividade bacteriana verificada nas amostras trilaminadas desenvolvidas.

Tempo (h)	Redução bacteriana			
	Trilaminados com PU		Trilaminados com QTS	
	<i>E. coli</i>	<i>S. aureus</i>	<i>E. coli</i>	<i>S. aureus</i>
2	0,0%	0,0%	78,2%	80,0%
6	0,0%	0,0%	94,3%	94,2%

4.2.2.2 Resistência Térmica e Evaporativa

Na Tabela 26 encontram-se descritas as condições de operação dos ensaios de caracterização das resistências térmica e evaporativa.

Tabela 26: Condições operacionais dos ensaios de Rct e Ret feitos para as estruturas trilaminadas com filme de QTS e PU.

Ensaio	Temperatura (°C)	Humidade relativa	Colocação do provete	Espessura do provete (mm)
Resistência térmica	20	65	Direito para fora	< 3
Resistência evaporativa	35	40		

Os resultados obtidos referentes à resistências térmica, evaporativa e índice de permeabilidade ao vapor de água das estruturas trilaminadas com os filmes de quitosano e de PU estão descritos na Tabela 27.

Tabela 27: Resultados obtidos dos ensaios de Rct realizados para as estruturas trilaminadas de QTS e PU.

	Estrutura trilaminada com filme de QTS	Estrutura trilaminada com filme de PU
Rct ($\text{m}^2 \text{ K W}^{-1}$)	0,0115	0,0108
Ret ($\text{m}^2 \text{ Pa W}^{-1}$)	10,63	16,54
i_m	0,06	0,04

Considerando que a relação entre a respirabilidade e isolamento térmico determina propriedades desejáveis de conforto, concluiu-se que a estrutura trilaminada com o filme de quitosano apresenta uma melhor relação de resultados de Rct, Tabela A VII 2, e Ret, Tabela A VII 3, comparativamente com a estrutura trilaminada com o filme de PU

Verificou-se que as estruturas apresentam valores de baixa resistência evaporativa, permitindo valores satisfatórios de respirabilidade e consequentemente boas características de conforto de utilização [72].

Se na realização das estruturas trilaminadas fosse utilizado o material adesivo com composição EVA com estrutura de filme perfurado, os resultados obtidos da resistência evaporativa seriam superiores. O índice de permeabilidade ao vapor de água traduz a característica de impermeabilidade de uma estrutura têxtil sendo possível verificar, tendo em consideração a Tabela A VII 4, que as estruturas trilaminadas com os filmes de quitosano e de PU são impermeáveis.

5 Conclusões

5.1 Objetivos Realizados

Com a realização deste trabalho foi possível ter contacto com duas tecnologias distintas da indústria têxtil, a laminagem e funcionalização química, com o propósito de incorporar eficazmente quitosano em substratos têxteis de forma a promover propriedades antimicrobianas para o combate de IN.

Foi elaborada uma estrutura têxtil trilaminada com filme de quitosano e malhas de poliéster para implementação numa bata cirúrgica, selecionando o material adesivo mais adequado, sendo este, um adesivo do tipo rede com composição de PO EVA. As propriedades antimicrobianas foram analisadas através da metodologia quantitativa de ensaios microbiológicos de contacto dinâmico, verificando-se a redução bacteriana de cerca de 94% face a duas estripes distintas. A avaliação das propriedades da estrutura trilaminada através de ensaios de resistência térmica, resistência evaporativa foi realizada através de ensaios de Rct e Ret. Concluiu-se que as estruturas possuem boas características de conforto, apresentando boa respirabilidade e baixo isolamento térmico, sendo contudo impermeável.

Realizou-se a incorporação de quitosano em tecido, para confeção de lençóis, por processos de impregnação e esgotamento, selecionando o processo de impregnação como o mais eficaz. Foram estudadas as influências de diversas variáveis como agentes ligantes, composição do substrato têxtil assim como o tempo de solubilização do quitosano. Concluiu-se que o agente ligante mais eficaz é o DMedHEU, a composição do substrato mais apropriada é de 100% algodão e que o tempo de solubilização do quitosano em solução de ácido acético de 1 hora permite melhores resultados.

Para a caracterização das amostras quimicamente funcionalizadas foi necessário recorrer a métodos qualitativos prévios com o propósito de selecionar as amostras com maior atividade antimicrobiana. Seguidamente, estas foram submetidas a ensaios microbiológicos quantitativos para a determinação da redução percentual da atividade bacteriana assim como a sua evolução face a vários ciclos de lavagem. Os resultados revelaram que a atividade antimicrobiana máxima é verificada após 5 ciclos de lavagem e nula nos restantes ciclos considerados, sendo possível concluir que o acabamento antimicrobiano não tem solidez à lavagem.

A vantagem do processo de impregnação, como método eleito para a funcionalização química dos substratos têxteis, consiste na possibilidade da

implementação industrial em contínuo, contrariamente ao permitido pelo processo de esgotamento que consiste num processo *batch*.

5.2 Outros Trabalhos Realizados

No decorrer do estágio curricular foram realizados trabalhos externos a esta dissertação.

Foram realizadas pesquisas sobre as batas, toucas e máscaras comerciais assim como patentes de estruturas trilaminadas com filme de quitosano para a área médica.

Foi prestado apoio na seleção das malhas e tecidos utilizados no trabalho desenvolvido.

Para o desenvolvimento e construção do protótipo da bata cirúrgica reutilizável antimicrobiana foi necessário realizar o tingimento das malhas de poliéster nas cores verde e azul assim como acabamento de repelência a líquidos, ver Anexo VI.

Foi prestado apoio no *design*, construção e confecção da bata, no dimensionamento, construção e confecção de lençóis. Assim como na elaboração de candidaturas para o departamento de tecnologia e engenharia do CITEVE.

5.3 Limitações e Trabalho Futuro

Como trabalho futuro projeta-se o estudo da evolução da atividade antimicrobiana das estruturas têxteis trilaminadas face a ciclos de lavagem e esterilização, uma vez que tem o propósito de serem aplicadas num produto reutilizável que necessita de ser submetido a rigorosos processos de desinfecção. Projeta-se também a caracterização das propriedades de conforto da bata cirúrgica completa através de ensaios de manequim. Sendo estes ensaios de Rct com manequim térmico em camara climática, ISSO 15831 e de Ret com manequim transpirável, ASTM F2370. A etapa final da validação e implementação das batas cirúrgicas consiste na experimentação em ambiente real, na qual estas serão implementadas em hospitais.

É necessário otimizar o método de produção do filme de quitosano assim como a as condições da sua aplicação nos substratos têxteis, pois após o processo de laminagem a estrutura apresenta defeitos como rugosidade e efeito casca de laranja. O estudo e otimização dos parâmetros que influenciam a solidez aos ciclos de lavagem das amostras quimicamente funcionalizadas.

Os testes antimicrobianos só permitem a avaliação da eficácia antimicrobiana dos substratos têxteis com acabamento. Para a sua implementação no mercado estes

produtos necessitam de ser submetidos a rigorosos testes de biocompatibilidade, toxicidade e sensibilidade cutânea.

Projeta-se a junção das metodologias de incorporação por funcionalização química e laminagem no lençol.

5.4 Avaliação Final

A realização deste trabalho no CITEVE constituiu uma experiência muito enriquecedora. Permitiu o primeiro contacto com o ambiente profissional e com um ramo de aplicação de engenharia química, a indústria têxtil.

É importante destacar o contacto próximo com as técnicas e equipamentos de impregnação, tingimento e laminagem.

Fora do foco específico do projeto o conhecimento adquirido é extenso, devido à interação interpessoal que permitiu a transmissão de conhecimento, assim como à formação realizada “Têxtil de A a Z”.

Esta experiência permitiu um crescimento pessoal e profissional que terá impacto na postura, dinamismo, espírito crítico, empreendedor e de equipa na futura carreira profissional.

6 Referências

- [1] World Health Organization, *Prevention of hospital-acquired infections. A practical guide.*, 2ª ed.
- [2] E. Pina, E. Ferreira, A. Marques e B. Matos, *Elsevier Doyma, Revista portuguesa de saúde pública*, vol. 10, 2010, pp. 27-39.
- [3] "Healthcare-associated infections," [Online]. Available: http://ecdc.europa.eu/en/healthtopics/Healthcare-associated_infections/Pages/index.aspx.
- [4] G. Borkow e J. Gabbay, *Medical Hypotheses*, 5 ed., vol. 70, 2008, pp. 990-995.
- [5] A. Akira, "The history of antimicrobial and antiodor finishes fabrics and the textile materials," em *Functional fibres and finishes for humans*, 1995, pp. 21 - 27.
- [6] R. A. Scott, "Textiles for protection," em *Woodhead Publishing Serires in Textiles*, 2005.
- [7] R. C. Goy, B. d. Douglas e O. B. G. Assis, "A Review of the Antimicrobial Activity of Chitosan," em *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 2009, pp. 241-247.
- [8] Associação Têxtil e Vestuário de Portugal, *Inovação IVP*, 2013.
- [9] R. Czajka, "Development of Medical Textile Market," em *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, vol. 13, pp. 13-15.
- [10] H. Hong, M. Araújo e R. Fangueiro, em *Têxteis Tecnicos*, vol. 3, 2001.
- [11] "Textile Services," ETSA, [Online]. Available: http://www.textile-services.eu/surgical_gowns_and_drapes/. [Acedido em 6 2015].
- [12] K. Inweregbu, D. Jayshree e A. Pittard, *Oxford Journals*, vol. 10, 2005, pp. 14-17.
- [13] Direção Geral da Saúde, "Inquérito Nacional de Prevalência de Infecção," 2009.
- [14] CITEVE, *Estudo UPS para o Fórum Têxteis do Futuro*, 2007.
- [15] S. Schabrun e L. Chipchase, "Healthcare equipment as a source of nosocomial infection: a systematic review," *Journal of Hospital Infection*, pp. 239-245, 2008.
- [16] J. Baryley e R. Olmsted, "Reservoirs of Pathogens Causing Health Care-Associated Infections in the 21st Century: Is Renewed Attention to Inanimate Surfaces Warrented," *Clinical Microbiology Newsletter*, vol. 30, nº 15, pp. 113-117, 2008.
- [17] G. Yuan e R. Cranston, "Recent Advances in Antimicrobial Treatments of Textiles," *Textiles Research journal*, pp. 60-71, 2008.
- [18] M. Struelens, O. Denis e H. Rodriguez-Villalobos, "Microbes and infection 6," em *Microbiology of nosocomial infections: process and challenges*, 2004, pp. 1043 - 1048.
- [19] L. Windler, M. Height e B. Nowack, "Review: Comparative evaluaton of antimicrobials for textile application". *Environmental International*.
- [20] S.-H. Lim e S. M. Hudson, "Applicatio of a fibre-reactive chitosan derivative to cotton fabric as an antimicrobial textile finish," em *Carbohydrate Polymers*, 2004, pp. 227-234.

- [21] N. S. Rodriguez, E. E. Sicaire-Ruelas, C. P. Gerba e K. R. Bright, "Silver as a disinfectant," em *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*, vol. 191, 2007, pp. 23-45.
- [22] A. B. Lansdown, "Silver in health care: Antimicrobial effects and safety in use," em *Current Problems in Dermatology*, vol. 33, 2006, pp. 17-34.
- [23] A. D. Russel, "Whither triclosan?," *Journal of Chemotherapy - Oxford Journals*, pp. 693-695, 2004.
- [24] M. Adolfsson-Erici, M. Pettersson, M. Parkkonen e J. Sturve, "A commonly use bactericide found in human milk and the aquatic environment in Sweden," *Chemosphere*, vol. 46, nº 9-10, pp. 1485-1489, 2002.
- [25] A. B. Dann e A. Hontela, "Triclosan: Environmenal Exposure, Toxicity and Mechanisms of Action.," em *Journal of Applied Toxicology*, vol. 31, 2011, pp. 285-311.
- [26] C. J. Chandler e I. H. Segel, "Mechanism of the antimicrobial action of pyrrithione: effects on membrane transporte, ATP levels, and protein synthesis," em *Antimicrobial agents and chemotherapy*, vol. 14, 1978, pp. 60-68.
- [27] N. Yoshino, S. Sugaya, T. Nakamura, Y.-h. Yamaguchi, Y. Kondo, K. Kawada e T. Teranaka, "Synthesis and Antimicrobial Activity of Quaternary Ammonium Silane Coupling Agents," *Journal of Oleo Science*, pp. 429-438, 2011.
- [28] J. M. Shierholz, L. J. Lucas, A. Rump e G. Pulverer, "Efficacy of Silver-Coated Medical Devices," em *Journal of Hospital Infection*, vol. 40, 1994, pp. 257-262.
- [29] T. Ristic, L. F. Zemljic, M. Novak, M. K. Kuncic, S. Sonjak, N. G. Cimerman e S. Strnad, "Antimicrobial efficiency of functionalized cellulose fibres as potencial medical textiles," em *Science against microbial pathogens: communicating as technological advances*, 2011.
- [30] "Chitosan Oligosaccharide Lactate," [Online]. Available: <http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/16213812#section=Top>. [Acedido em 5 2015].
- [31] D. Enescu, "Use of Chitosan in Surface Modification of Textile Materials," *Roumanian Biotechnological Letters*, vol. 13, nº 6, pp. 4037-4048, 2008.
- [32] G. Zhanyong, R. Xing, S. Liu, Z. Zhimei, X. Ji, P. Li e L. Wang, "The influence of molecular weight of quaternized chitosan and antifungal activity," em *Carbohydrate Polymers*, vol. 71, 2008, pp. 694-697.
- [33] I. Younes, S. Sellimi, M. Rinaudo, K. Jellouli e M. Nasri, "Influence of acetilation degree and molecular weight of homogeneous chitosans on antimicrobial and antifungal activities," *International Journal of Food and Microbiology*, pp. 57-63, 2014.
- [34] S.-H. Lim e S. M. Hudson, "Application of a fibre-reactive chitosan derivative to cotton fabric as an antimicrobial textile finish," *Carbohydrate Polymers*, pp. 227-234, 2004.
- [35] C. Liang, "Anti-microbial Chitosan Compositior for Textile Prducts". Estados Unidos da America Patente 20060008515, 2005.
- [36] M. C. Joerger, R. F. Koniz, S. Sabesan e J. Pennias, "Antimicrobial Polyester-containing Articles and Process for their Preparation". Estados Unidos da América Patente 7081139, 2006.
- [37] "Swicofil - Chitosan Fibres," [Online]. Available: <http://www.swicofil.com/products/055chitosan.html>. [Acedido em 5 2015].

- [38] "Textile Information - Application of Chitosan in textile Wet Processing," [Online]. Available: <http://textileinformation.blogspot.pt/2007/11/application-of-chitosan-in-textile-wet.html>. [Acedido em 6 2015].
- [39] A. d. A. Gonsalves, C. R. M. Araújo, N. A. Soares, M. O. F. Goulart e F. C. d. Abreu, "Different strategies for crosslinking of chitosan," 2011.
- [40] K. Vellingiri, T. Ramachandran e M. Senthilkumar, "Eco-friendly Application of Nano Chitosan in Antimicrobial Coatings in the Textile Industry," *Scientific & Academic Publishing - Nanoscience and Nanotechnology*, pp. 75-89, 2013.
- [41] P. D. r. n. H.-K. Rouette, "Padding," em *Encyclopedia of Textile Finishing*, vol. 2, Springer, pp. 1534-1535.
- [42] N. R. Kildeeva, P. A. Perminov, L. V. Vladimirov, V. V. Novikov e S. N. Mikhailov, "About Mechanism of Chitosan Cross-Linking with Glutaraldehyde," *Russian Journal of bioorganic Chemistry*, pp. 360-369, 2009.
- [43] R. Pauliukaite, M. E. Ghica, O. Fatibello-Filho e C. M. A. Brett, "Comparative Study of Different Cross-Linking Agents for Immobilization of Functionalized Supported on Graphite - Epoxy Composite Electrode," *Anal. Chem.*, pp. 5364-5372, 2009.
- [44] A. Anitha, N. S. Rejinold, J. D. Bumgardner, S. V. Nair e R. Jayajumar, "Approaches for Functional Modification or Cross-linking of Chitosan," em *Chitosan-Based Systems for Biopharmaceuticals: Delivery, Targeting and Polymer Therapeutics*, 2012.
- [45] "BASF products for resin finishing - Technical Information," [Online]. Available: <http://www.prismadye.com/Files/BROCHURES/BASF%20Products%20for%20Resin%20Finishing.pdf>. [Acedido em 6 2015].
- [46] "Glutardialdehyde," Merck Millipore, [Online]. Available: http://www.merckmillipore.com/PT/en/product/Glutardialdehyde,MDA_CHEM-820603. [Acedido em 6 2015].
- [47] "Glyoxal," http://www.merckmillipore.com/PT/en/product/Glyoxal,MDA_CHEM-820610, [Online]. Available: http://www.merckmillipore.com/PT/en/product/Glyoxal,MDA_CHEM-820610. [Acedido em 6 2015].
- [48] S. T. Thomason, *Optimization of Ionic Crosslinking*, 2006.
- [49] R. Paul, *Functional Finishes for Textiles: Improving Comfort, Performance and Protection*.
- [50] H. M. Fahmy, Z. E. Mohamed, M. H. Abo-Shosha e N. A. Ibrahim, "Thermosole Cross-Linking of Chitosan and Utilization in the Removal of Some Dyes from Aqueous Solution," em *Polymer-Plastic Technology and Engineering*, 2007, pp. 159-175.
- [51] "The Effect of HMMM Crosslinker on the Coating Properties of Chemoenzymatically Synthesized Aliphatic Urethane Oil," *Paint & Coatings Industry*, [Online]. Available: <http://www.pcimag.com/articles/84128-the-effect-of-hmmm-crosslinker-on-the-coating-properties-of-chemoenzymatically-synthesized-aliphatic-urethane-oil>. [Acedido em 6 2015].
- [52] M. Jabli, M. H. V. Baouab, M. S. Roudesli e A. Bartegi, "Adsorption of Acid Dyes from Aqueous Solution on a Chitosan-cotton Composite Material Prepared by a New Pad-dry Process," *Journal of Engineered Fibres and Fabrics*, vol. 6, 2011.

- [53] A. M. Gamal, S. Abo Farha, H. B. Sallam, G. E. A. Mahmoud e L. F. M. Ismail, "Kinetic Study and Equilibrium Isotherm Analysis of Reactive Dyes Adsorption onto Cotton Fiber," *Nature and Science*, vol. 8, nº 11, pp. 95-110, 2010.
- [54] P. D. r. n. H.-K. Rouette, "Exhaust dyeing model," em *Encyclopedi of Textile Finishing*, vol. 1, Springer, pp. 766-767.
- [55] "Cationic aftertreatment agent for direct and reactive dyeings," em *Tanatex Chemicals - Tanafix SCR*.
- [56] M. Bjorkman, *Improvment Adhesion of Polyolefin Laminates to Textiles Using New Plasma Technology - Chalmers University of Technology*, Gothenburg, Sweden, 2012.
- [57] A. K. Sen, em *Coated Textiles - Principles and Applications*, 2008.
- [58] W. Fung, "Coated and Laminated Textile," *Cambridge Publications*, 2002.
- [59] W. Smith, "Smart Textile Coatings an Laminates," *Cambridge Publications*, 2010.
- [60] "Textile Innovation Knowledge Platform," 2 2015. [Online]. Available: <http://www.tikp.co.uk/knowledge/technology/coating-and-laminating/laminating-methods/>.
- [61] "SpecialChem," [Online]. Available: <http://adhesives.specialchem.com>. [Acedido em 6 2015].
- [62] P. K. Dutta, G. K. Dutta, S. Tripathi e G. K. Mehrotra, "Perspectives for chitosan based antimicrobial films in food applications," *Food Chemistry*, vol. 14, nº 4, pp. 1173-2282, 2009.
- [63] E. A. El-Hefian, E. S. Elgannoudi, A. Mainal e A. H. Yahaya, "Characterization of chitosan in acetic acid: Rheological and thermal studies," *TUBITAK*, vol. 34, pp. 47-56, 2010.
- [64] Q. Yang, F. Dou, B. Liang e Q. Shen, "Investigations of the effects of glyoxal cross-linking on the structure and properties of chitosan fiber," *Carbohydrate Polymers*, vol. 61, pp. 393-398, 2005.
- [65] H. M. Fahmy, Z. E. Mohamed, M. H. Abo-Shosha e N. A. Ibrahim, "Thermosole Cross-Linking of Chitosan and Utilization in the Removal of Some Dyes from Aqueous Solution," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 43, nº 1, pp. 159-175, 2004.
- [66] I. P. Fernandes, J. S. Amaral, V. Pinto, M. J. Ferreira e M. F. Barreiro, "Development of chitosan-based antimicrobial leather coatings," *Carbohydrates Polymers*, vol. 98, nº 1, pp. 1229-1235, 2013.
- [67] H. Barani e A. Calvimontes, "Effects of Oxygen Plasma Treatment on the Physical and Chemical Properties of Wool fiber Surface," *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, vol. 34, nº 6, pp. 1291-1302, 2014.
- [68] Huntsman, "Lanasol reactive dyes for wool," [Online]. Available: http://www.swisscolor.sk/sites/default/files/sites/default/files/pdf/lanasol_rea_dyes_for_wool.pdf. [Acedido em 5 2015].
- [69] "70210-39-8," PubChem Open Chemistry Database, [Online]. Available: <http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/5488323#section=Top>. [Acedido em 6 2015].
- [70] B. Behcet, "A Novel Aproach for Estimating the Relation Between K/S Value and Dye Uptake in Reative Dyeing of Cotton Fabrics," *Fibers and Polymers*, vol. 6, pp. 224-228, 2005.

- [71] Q. Yang, F. Dou, B. Liang e Q. Shen, "Studies of cross-linking reaction on chitosan fiber with glyoxal," *Carbohydrate Polymers*, vol. 59, pp. 205-210, 2005.
- [72] ETSA, *Superior performance from reusable surgical textiles*.
- [73] "DEAE-Cellulose," PubChem Open Chemistry Database, 5 2015. [Online]. Available: <http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/16211032#section=Top>.
- [74] E. P. G. Gohl e L. D. Vilensky, em *Textile Science*, Melbourne: Longman Cheshire, 1983.
- [75] "Terephthalic Acid," 5 2015. [Online]. Available: http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/terephthalic_acid#section=Top.
- [76] E. Heine, H. G. Knops, K. Schaefer e P. Moeller, "Antimicrobial Functionalization of Textile Materials," *Multifunctional Barriers for Flexible Structure, Textile, Leather and Paper*, 2007.
- [77] D. Coman, S. Oancea e N. Vînceanu, "Biofunctionalization of Textile Materials by Antimicrobial Treatments: A Critical Review.," *Romanian Biotechnological Letters*, vol. 15, nº 1, pp. 4913-4921, 2010.
- [78] J. P. Mesquita, C. L. Donnici, I. F. Teixeira e F. V. Pereira, "Bio-based nanocomposites obtained through covalent linkage between cellulose nanocrystals," *Carbohydrate Polymers*, pp. 201-217, 2012.
- [79] S. Strnad, O. Sauperl e L. Fras-Zemljic, *Cellulose Fibres Functionalised by Chitosan: Characterization and Application*.
- [80] S. Matsukawa, M. Kasai e Y. Mizuta, *Sen'i Gakkaishi*, pp. 17-22, 1995.
- [81] O. A. Hamed, H. J. Chmielewski e D. B. McBee, "Chemically cross-linked cellulose fibre and method of making same". Patente US 7074301 B2, 11 7 2002.
- [82] C. M. Welch, "Glyoxal as an Formaldehyde-Free Durable Press Reagent for Mild Curing Applications". *Textile Research Journal*.
- [83] "1,2,3,4-Butanetetracarboxylic acid," Merck Millipore, [Online]. Available: http://www.merckmillipore.com/PT/en/product/1,2,3,4-Butanetetracarboxylic-acid,MDA_CHEM-814924. [Acedido em 6 2015].
- [84] "Citric Acid," Merck Millipore, [Online]. Available: https://www.merckmillipore.com/PT/en/product/Citric-acid,MDA_CHEM-100241. [Acedido em 6 2015].
- [85] "Surgical drape and gown barrier classifications," [Online]. [Acedido em 6 2015].
- [86] "Polyurethane Y226," PubChem Open Chemistry Database, [Online]. Available: <http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/3043942#section=Top>. [Acedido em 6 2015].
- [87] P. R. Griffiths e J. A. Haseth, *Fourier Transform Infrared Spectrometry*.
- [88] Thermo Nicolet, "Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry," 2001.

Anexo I – Têxteis Técnicos

Na tabela que se segue encontram-se destacadas as áreas de implementação de têxteis técnicos.

Tabela A I 1: Diversas áreas de aplicação dos têxteis técnicos são utilizados.

	Aplicação	Áreas abrangidas	Exemplos	
	<i>Agrotech</i>	Agricultura, horticultura, florestação, pesca	Coberturas, proteções, recolha; Cordas, cabos;	Equipamentos.
	<i>Builtech</i>	Arquitetura e construção	Proteção; Arquitetura;	Reforços; Componentes;
	<i>Clothtech</i>	Componentes técnicos para vestuário e calçado	Componentes de calçado; Isolamentos;	Costuras, soldaduras.
	<i>Geotech</i>	Geotêxteis e têxteis para engenharia civil	Estabilização, separação e drenagem; Reforço de solos;	Controlo de erosão; Revestimentos.
	<i>Homotech</i>	Componentes técnicos para mobiliário, decoração e revestimentos	Componentes de alcatifas; Componentes de mobiliário; Limpeza;	Compósitos; Forros de colchões.
	<i>Indutech</i>	Filtros e outras aplicações industriais	Componentes de equipamentos elétricos; Têxteis para adesivos;	Filtros; Mangueiras, tubos, cabos, cordas.
	<i>Medtech</i>	Saúde e higiene	Higiene pessoal; Tratamento cirúrgico e higiene medicinal;	Batas, colchões, marquesas.
	<i>Mobiltech</i>	Transportes	Telas para pneus, cintos, <i>airbags</i> ; Têxteis para pilares e tetos; Isolamentos, compósitos, filtros;	Tapetes e revestimentos do chão e bagageira; Coberturas.
	<i>Packtech</i>	Embalagem industrial e de consumo	Contentorização a granel, sacos;	Cordéis.
	<i>Protech</i>	Proteção pessoal e de bens	Agentes químicos, biológicos e nucleares, poeiras; Calor, fogo; Balística, corte;	Alta-visibilidade, intempéries; Flutuação, amarração
	<i>Sporttech</i>	Desporto e lazer	Equipamentos e componentes de desporto; Equipamentos e componentes de campismo;	Vestuário.
	<i>Okotech</i>	Proteção ambiental	Produtos incluídos nos exemplos anteriores	

Anexo II – Algodão e Poliéster

As fibras celulósicas, como o algodão, não constituem uma fonte de nutrientes direta para os microrganismos, contudo fungos e bactérias têm a capacidade de hidrolisar a celulose transformando-a em glicose que é uma fonte natural de carbono, nutriente para estes microrganismos.

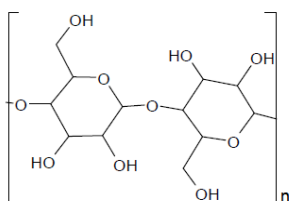


Figura A II 1: Representação da estrutura química da celulose. Adaptado de [73].

As enzimas responsáveis pela degradação das fibras naturais promovem a redução do grau de polimerização da celulose e conseqüentemente levam à modificação da estrutura química da fibra, diminuição da resistência mecânica do material, descoloração e dissipação de odores.

O poliéster é uma fibra sintética. O tipo mais comum é o polietileno tereftalato, PET. Tem propriedades de alta resistência e durabilidade devido à sua estrutura cristalina, que corresponde a 35% da sua estrutura. Estas fibras são constituídas por moléculas apolares o que promove a hidrofobicidade do substrato têxtil tornando-o pouco permeável. [74]

Os substratos têxteis constituídos por fibras sintéticas não são fontes de carbono naturais para os microrganismos heterotróficos, contudo a presença de sujeira aliada às condições de temperatura e humidade pode constituir um meio propenso à propagação de microrganismos.

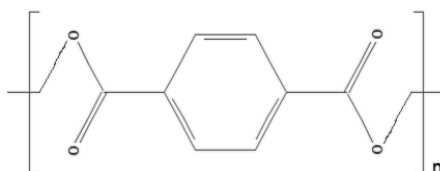


Figura A II 2: Representação da estrutura química do poliéster, polietileno tereftalato, PET. Adaptado de [75].

Anexo III – Tratamentos Antimicrobianos

Tabela A III 1: Descrição dos tratamentos antimicrobianos existentes.

Tratamento	Descrição
Algicida	Prevenção do aparecimento de algas
Antibacteriano	Tratamento bactericida e bacteriostático.
Antidegradação	Proteção contra a ação de bactérias e fungos em condições de armazenamento.
Antimicótico	Destruição ou inibição do crescimento de fungos
Bactericida	Destruição bactérias
Bacteriostático	Inibição do crescimento bacteriano já existente sem causar destruição.
Desodorizante	Prevenção do desenvolvimento de odores indesejados
Fungicida	Destruição de fungos
Fungistático	Inibição do crescimento de fungos sem causar destruição dos mesmos e dos esporos
Germicida	Tratamento que destrói germes.
Higiênico	Eliminação de microrganismos patogénicos pela aplicação de tratamentos apropriados

Anexo IV – Agente Antimicrobiano e Fibras Têxtil

Podem ser utilizados dois tipos distintos de funcionalização antimicrobiana. Os agentes antimicrobianos podem ser aplicados tanto em processos de acabamento do material têxtil ou incorporados na solução do polímero antes do processo de extrusão, Figura A IV 1a) [17] [76]. Neste tipo de abordagem o composto antimicrobiano embebido na estrutura da fibra tem que migrar para a superfície e deve ser libertado lentamente durante o período de utilização para que a atividade antimicrobiana seja mantida [77]. Esta abordagem é apropriada apenas para fibras sintéticas.

Em alternativa à abordagem acima referida o tratamento antimicrobiano pode tomar lugar como processo de acabamento final do material têxtil de fibras naturais assim como sintéticas, recorrendo a processos de impregnação e de esgotamento, Figura A IV 1 b). Adicionalmente, têm sido utilizados métodos de pulverização, *spray*, revestimento e espuma [17] [76]. Muitos outros métodos têm sido estudados e revelados como aplicação de, nanopartículas, modificação química do composto antimicrobiano para formação de ligação covalente com a fibra e a utilização de agentes ligantes para a fixação entre o agente ativo e a fibra, Figura A IV 1c) [17].

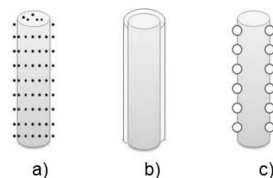


Figura A IV 1: Fibras têxteis com agente antimicrobiano: a) incorporado no interior da fibra; b) aplicado na superfície da fibra; c) ligado quimicamente à fibra [29].

Os processos de funcionalização química são adequados para a incorporação do quitosano em materiais têxteis com composição celulósica. O quitosano estabelece naturalmente interações secundárias de pontes de hidrogénio com as fibras de celulose, assim como interações ião-dipolo [78] [52]. Este tipo de interação não é suficientemente forte para que o quitosano se mantenha ligado às fibras quando sujeito a ciclos de lavagem [17], por isso é extremamente importante que se desenvolvam métodos que permitam a fixação irreversível deste composto. Para tal recorre-se à utilização de um agente intermediário designado por ligante com grupos funcionais específicos como carboxílico ou aldeído que permitem a ligação covalente das cadeias celulósicas e do quitosano [17] [31] [78]. Para que sejam adquiridas propriedades antimicrobianas

satisfatórias o material têxtil tem que cumprir dois requisitos contraditórios, por um lado, tem que haver uma concentração considerável de pontos de ligação na fibra celulósica com afinidade com o quitosano para que este estabeleça interações irreversíveis, assim como, a concentração de grupos amina livres das cadeias de quitosano que são responsáveis pela atividade antimicrobiana [79].

Na presença de fibras sintéticas não naturais, como o poliéster, o quitosano não estabelece interações sendo necessário recorrer a processos de hidrolisação da fibra. Este tipo de processos envolve soluções alcalinas que provocam o desgaste acentuado do material têxtil [80], pelo que se recorre a processos que não envolvam alteração química da fibra, isto é, recorre-se a processos de revestimento.

Anexo V – Reação de Reticulação

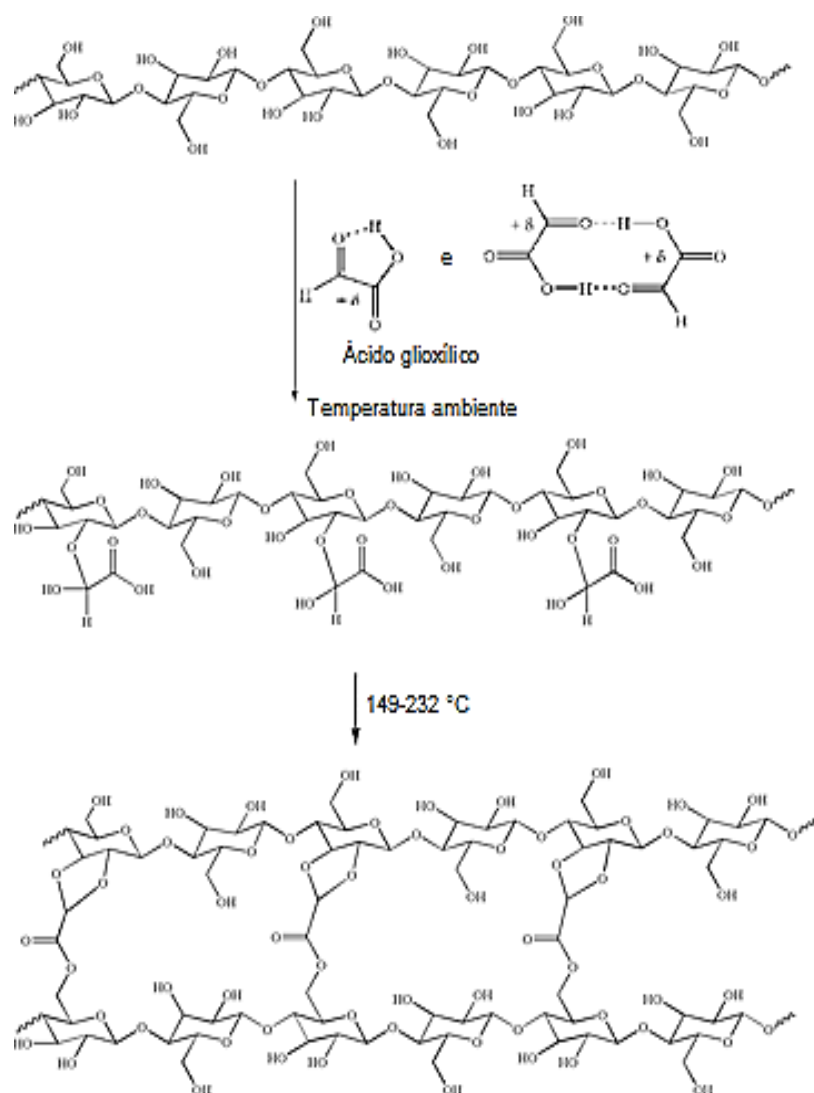


Figura A V 1: Esquematização da reação de reticulação de polímeros celulósicos com ácido glicólico. Adaptado de [81].

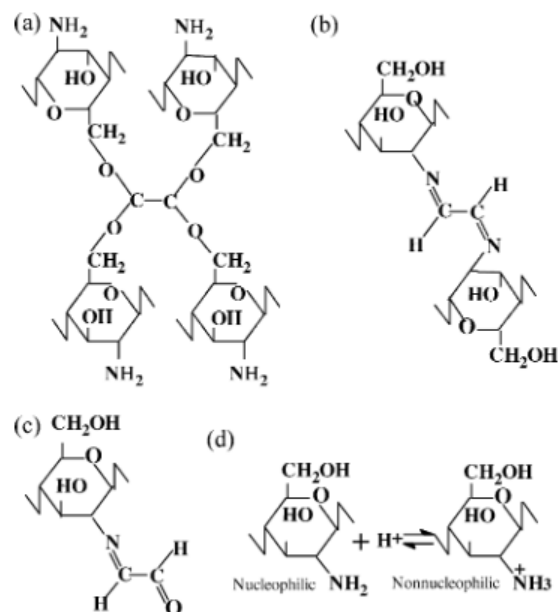


Figura A V 2: Descrição do mecanismo de ligação do quitosano à fibra por intermédio do etanedial. a) Etanedial reage com os grupos hidroxilo do quitosano; b) Etanedial reage com os grupos amina do quitosano; c) Um grupo carbonilo do etanedial reage; d) Para valores de pH baixos o quitosano revela ser nucleofílico [71].

Anexo VI – Preparação de Amostras

VI - Funcionalização Química - Impregnação

Nas tabelas que se seguem m_q representa a massa de quitosano em grão utilizada, m_{lig} a massa do agente ligante e por fim m_{sol} representa a massa da solução aquosa de 1% (V/V) de ácido acético.

Tabela A VI 1: Detalhes experimentais do processo de impregnação. Massa de amostras e composição do banho do processo – Tecido 100% algodão.

Agente ligante		
<ul style="list-style-type: none"> • DMeDHEU • Etanedial • HMMM 	m_q (g)	2,5
	m_{lig} (g)	6,25
	m_{sol} (g)	250

Tabela A VI 2: Detalhes experimentais do processo de impregnação. Massa de amostras e composição do banho do processo – Tecido 50% algodão e 50% poliéster.

Agente ligante		
<ul style="list-style-type: none"> • DMeDHEU • Etanedial • HMMM 	m_q (g)	2,5
	m_{lig} (g)	6,25
	m_{sol} (g)	250

VI - Funcionalização Química - Esgotamento

Tabela A VI 3: Detalhes experimentais do processo de esgotamento. Massa de amostras e composição dos banhos do processo – Tecido 100% algodão.

Agente ligante		
Etanedral	m_{seca} (g)	76,990
	V_{sol} (ml)	792,90
	m_q (g)	0,794
	m_{lig} (g)	30,796
Sal de poliamida	m_{seca} (g)	63,240
	V_{sol} (ml)	62,608
	m_q (g)	0,063
	m_{lig} (g)	2,529

Tabela A VI 4: Detalhes experimentais do processo de esgotamento. Massa de amostras e composição dos banhos do processo – Tecido 50% algodão e 50% poliéster.

Agente ligante		
Etanedral	m_{seca} (g)	79,370
	V_{sol} (ml)	792,90
	m_q (g)	0,794
	m_{lig} (g)	31,750
Sal de poliamida	m_{seca} (g)	37,030
	V_{sol} (ml)	679,70
	m_q (g)	0,6797
	m_{lig} (g)	27,188

Anexo VII - Requisitos

As especificações gerais para os campos operatórios e batas cirúrgicas incluem propriedades de repelência de líquidos e de barreira microbiológica, estética, incluindo conformabilidade, toque suave e conforto, resistência à tração, abrasão e à chama, segurança estática e toxicidade. Estes materiais, quer sejam de uso único quer sejam reutilizáveis, deverão também suportar as condições de esterilização [6].

Os requisitos legalmente obrigatórios seguem a norma EN 13795 e outras em vigor e simultaneamente outros requisitos relacionados com o conforto e satisfação dos utilizadores. A EN 13795 tem como objetivo auxiliar a comunicação entre usuários, fabricantes e terceiros em relação às características do material ou do produto e requisitos de desempenho. De acordo com esta norma, as especificações gerais para as batas cirúrgicas incluem as seguintes propriedades: Resistência à penetração microbiana a seco e húmico; Estado de limpeza microbiana/ partículas; Formação de *linting* (tendência para a libertação de partículas); Resistência à penetração de líquidos; Resistência ao rebentamento a seco e a molhado; Resistência à tração a seco e a molhado. Na Tabela A II 1 apresentam-se as principais características e requisitos a ter em consideração para uma classificação de desempenho padronizado relativamente às batas cirúrgicas e aos campos cirúrgicos [6].

Além destas características específicas e obrigatórias existem ainda outros requisitos a ter consideração neste tipo de produtos como a estética, o conforto e a facilidade de vestir. Refira-se que o conceito de conforto é baseado em vários fatores diferentes, tais como [6] conforto fisiológico, conforto tátil, conforto termofisiológico que envolve o conforto térmico e de humidade à superfície da pele.

Tabela A VII 1: Principais características e requisitos a ter em consideração para uma classificação de desempenho padronizado relativamente às batas cirúrgicas e aos campos cirúrgicos [6].

Características/ Requisitos	Método de teste	Unidade	Requisitos	
			Desempenho padronizado	
			Área de produto crítica	Área de produto menos crítica
Resistência à penetração microbial - seco	EN ISO 22612	CFU	Não necessário	≤300
Resistência à penetração microbial - húmido	EN ISO 22610	I_B	≥2,8	Não necessário
Resistência à penetração do líquido	EN 20811	cm H ₂ O	≥20	≥10
Força de rebentamento - Seco	EN ISO 13938-1	kPa	≥40	≥40
Força de rebentamento - Húmido	EN ISO 13938-1	kPa	≥40	Não necessário
Resistência à tração - Seco	EN 29073-3	N	≥20	≥20
Resistência à tração - Húmido	EN 29073-3	N	≥20	Não necessário

Na Tabela A VII 2 encontram-se valores de resistência térmica de vários tipos de vestuário. É considerado que valores próximos de 0 (zero) estão associados a baixos valores de isolamento térmico e valores superiores a 0.3 estão associados a altos valores de isolamento térmico.

Tabela A VII 2: Resistência térmica do vestuário [6].

Vestuário	R _{ct} (m ² K W ⁻¹)
Nu	0
Calções	0,016
Tropical	0,047
Leve de verão	0,078
Trabalho	0,124
Inverno para ambiente interior	0,155
Fato completo	0,233

Na Tabela A VII 3, assim como na Figura A VII 1, estão classificados os intervalos de valores de resistência evaporativa quanto à respirabilidade proporcionada.

Tabela A VII 3: Resistência evaporativa [6].

Ret (m ² Pa W ⁻¹)	Respirabilidade
Ret < 6	Muito alta
6 < Ret < 12	Alta
12 < Ret < 20	Bom
Ret = 20	Limite

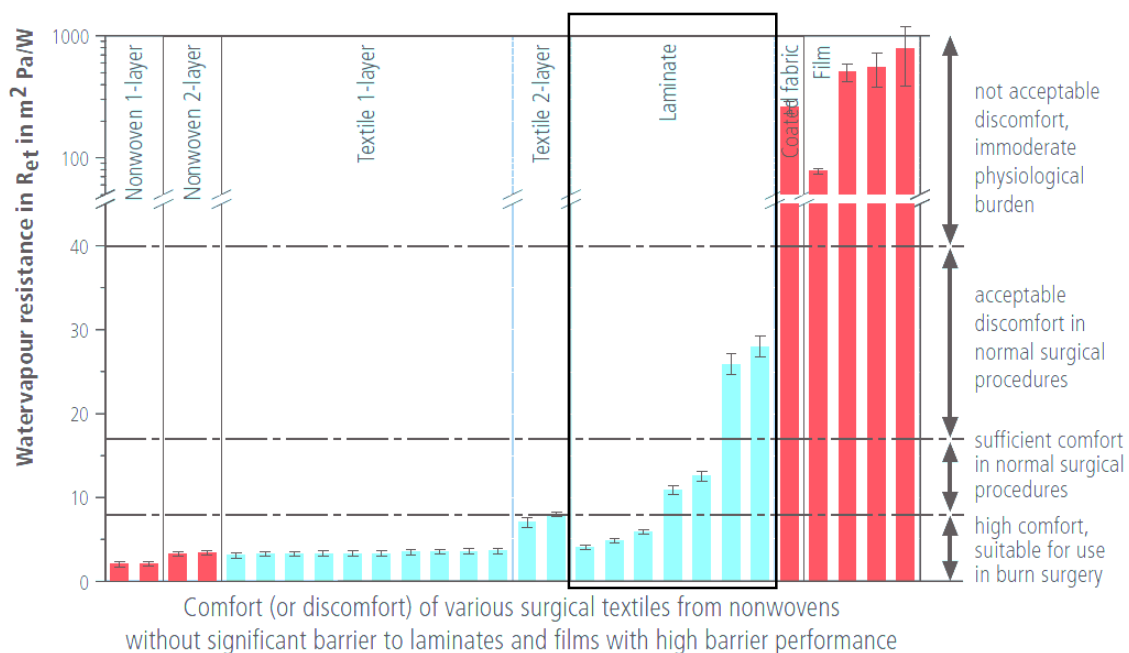


Figura A VII 1: Avaliação do conforto de materiais têxteis cirúrgicos consoante tipologias de estruturas e valores de resistência evaporativa [72].

Na Tabela A VII 4 estão classificados os intervalos de valores de índices de permeabilidade ao vapor de água. Valores inferiores a 0,35 correspondem a uma peça impermeável e valores superiores a 0,55 a uma peça permeável.

Tabela A VII 4: Índice de permeabilidade térmica ao vapor de água [6].

i_m	Classificação
< 0,35	Insuficiente
0,35 até 0,55	Bom
> 0,55	Muito bom

Anexo VIII – Resultados

VIII – Tingimento Reativo

Nas Tabela A VIII 1 e 2 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão poliéster impregnadas com o agente ligante DMedHEU com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

Tabela A VIII 1: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas como agente ligante DMedHEU, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,1090	2,1445	2,0355	1,3903	1,2813
410	0,0844	2,0415	1,9571	1,3266	1,2422
420	0,0735	1,9805	1,9070	1,2949	1,2214
430	0,0664	1,9351	1,8687	1,2709	1,2045
440	0,0612	1,9110	1,8498	1,2611	1,1999
450	0,0596	1,9840	1,9244	1,3092	1,2496
460	0,0604	2,1829	2,1225	1,4285	1,3681
470	0,0654	2,4869	2,4215	1,6090	1,5436
480	0,0746	2,9502	2,8756	1,8779	1,8033
490	0,0890	3,4690	3,3800	2,1729	2,0839
500	0,1092	4,0604	3,9512	2,5065	2,3973
510	0,1319	4,6226	4,4907	2,8191	2,6872
520	0,1601	5,1617	5,0016	3,1124	2,9523
530	0,1907	5,5493	5,3586	3,3238	3,1331
540	0,2087	5,5923	5,3836	3,3529	3,1442
550	0,2126	5,4681	5,2555	3,2798	3,0672
560	0,2160	5,3740	5,158	3,2253	3,0093
570	0,2231	5,2916	5,0685	3,1882	2,9651
580	0,2092	4,8231	4,6139	2,9521	2,7429
590	0,1588	3,8282	3,6694	2,4166	2,2578
600	0,0961	2,6197	2,5236	1,7203	1,6242
610	0,0531	1,5918	1,5387	1,0810	1,0279
620	0,0317	0,8879	0,8562	0,6174	0,5857
630	0,0217	0,4720	0,4503	0,3357	0,3140
640	0,0160	0,2500	0,234	0,1850	0,1690
650	0,0136	0,1412	0,1276	0,1105	0,0969
660	0,0123	0,0890	0,0767	0,0734	0,0611
670	0,0116	0,0647	0,0531	0,0561	0,0445
680	0,0108	0,0501	0,0393	0,0450	0,0342
690	0,0107	0,0445	0,0338	0,0406	0,0299
700	0,0104	0,0398	0,0294	0,0368	0,0264

Tabela A VIII 2: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas com o agente ligante DMedHEU com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1157	1,3903	1,2746	1,2648	1,1491
410	0,0911	1,3266	1,2355	1,2067	1,1156
420	0,0805	1,2949	1,2144	1,1803	1,0998
430	0,0735	1,2709	1,1974	1,1615	1,0880
440	0,0688	1,2611	1,1923	1,1544	1,0856
450	0,0667	1,3092	1,2425	1,1999	1,1332
460	0,0662	0,14285	0,07665	1,3080	1,2418
470	0,0699	1,6090	1,5391	1,4742	1,4043
480	0,0767	1,8779	1,8012	1,7241	1,6474
490	0,0879	2,1729	2,0850	2,0026	1,9147
500	0,1039	2,5065	2,4026	2,3238	2,2199
510	0,1217	2,8191	2,6974	2,6248	2,5031
520	0,1442	3,1124	2,9682	2,9175	2,7733
530	0,1672	3,3238	3,1566	3,1356	2,9684
540	0,1776	3,3529	3,1753	3,1724	2,9948
550	0,1775	3,2798	3,1023	3,1108	2,9333
560	0,1792	3,2253	3,0461	3,0702	2,8910
570	0,1830	3,1882	3,0052	3,0419	2,8589
580	0,1650	2,9521	2,7871	2,8058	2,6408
590	0,1680	2,4166	2,2486	2,2766	2,1086
600	0,0688	1,7203	1,6515	1,6144	1,5456
610	0,0409	1,0810	1,0401	1,0294	0,9885
620	0,0287	0,6174	0,5887	0,6105	0,5818
630	0,0230	0,3357	0,3127	0,3455	0,3225
640	0,0190	0,1850	0,1660	0,1940	0,1750
650	0,0180	0,1100	0,0920	0,1162	0,0982
660	0,0167	0,0734	0,0567	0,0764	0,0597
670	0,0164	0,0561	0,0397	0,0578	0,0414
680	0,0157	0,0450	0,0293	0,0461	0,0304
690	0,0158	0,0406	0,0248	0,0417	0,0259
700	0,0156	0,0368	0,0212	0,0379	0,0223

Na Tabela A VIII 3 e na Tabela A VIII 4 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão/poliéster impregnadas com o agente ligante DMeDHEU com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

Tabela A VIII 3: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas como agente ligante DMeDHEU, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,2229	2,0277	1,8048	1,8079	1,5850
410	0,1873	1,9173	1,7300	1,7160	1,5287
420	0,1698	1,8516	1,6818	1,6626	1,4928
430	0,1560	1,7998	1,6438	1,6193	1,4633
440	0,1463	1,7677	1,6214	1,5929	1,4466
450	0,1456	1,8284	1,6828	1,6457	1,5001
460	0,1565	2,0180	1,8615	1,8086	1,6521
470	0,1809	2,3237	2,1428	2,0645	1,8836
480	0,2249	2,8130	2,5881	2,4769	2,2520
490	0,2839	3,3745	3,0906	2,9497	2,6658
500	0,3620	4,0381	3,6761	3,5164	3,1544
510	0,4462	4,6856	4,2394	4,0731	3,6269
520	0,5438	5,3280	4,7842	4,6466	4,1028
530	0,6427	5,8194	5,1767	5,0962	4,4535
540	0,6851	5,8730	5,1879	5,1611	4,4760
550	0,6777	5,6752	4,9975	4,9961	4,3184
560	0,6762	5,5654	4,8892	4,8986	4,2224
570	0,6981	5,5206	4,8225	4,8707	4,1726
580	0,6542	5,0220	4,3678	4,4371	3,7829
590	0,4863	3,8706	3,3843	3,4277	2,9414
600	0,2831	2,5276	2,2445	2,2705	1,9874
610	0,1440	1,4714	1,3274	1,3607	1,2167
620	0,0743	0,7897	0,7154	0,7601	0,6858
630	0,0426	0,4044	0,3618	0,4032	0,3606
640	0,0270	0,2000	0,1730	0,2120	0,1850
650	0,0206	0,1145	0,0939	0,1183	0,0977
660	0,0165	0,0707	0,0542	0,0735	0,0570
670	0,0144	0,0510	0,0366	0,0534	0,0390
680	0,0127	0,0397	0,0270	0,0416	0,0289
690	0,0123	0,0354	0,0231	0,0375	0,0252
700	0,0118	0,0320	0,0202	0,0342	0,0224

Tabela A VIII 4: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas com o agente ligante DMedHEU com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1881	1,2656	1,0775	0,9405	0,7524
410	0,1598	1,2031	1,0433	0,8885	0,7287
420	0,1449	1,1739	1,0290	0,8613	0,7164
430	0,1340	1,1475	1,0135	0,8422	0,7082
440	0,1272	1,13258	1,0054	0,8338	0,7066
450	0,1276	1,1723	1,0447	0,8612	0,7336
460	0,1368	1,2802	1,1434	0,9362	0,7994
470	0,1582	1,4515	1,2933	1,0538	0,8956
480	0,1943	1,7138	1,5195	1,2382	1,0439
490	0,2441	2,0082	1,7641	1,4489	1,2048
500	0,3095	2,3510	2,0415	1,6958	1,3863
510	0,3771	2,6768	2,2997	1,9423	1,5652
520	0,4563	2,9940	2,5377	2,1928	1,7365
530	0,5357	3,2365	2,7008	2,3951	1,8594
540	0,5633	3,2765	2,7132	2,4387	1,8754
550	0,5538	3,1940	2,6402	2,381	1,8272
560	0,5570	3,1414	2,5844	2,3502	1,7932
570	0,5780	3,1282	2,5502	2,3490	1,7710
580	0,5311	2,9022	2,3711	2,1744	1,6433
590	0,3716	2,3372	1,9656	1,7356	1,3640
600	0,1972	1,6217	1,4245	1,2013	1,0041
610	0,0934	1,0008	0,9074	0,7589	0,6655
620	0,0488	0,5684	0,5196	0,4522	0,4034
630	0,0305	0,3097	0,2792	0,2605	0,2300
640	0,0220	0,1720	0,15	0,1500	0,1280
650	0,0186	0,1040	0,0854	0,0931	0,0745
660	0,0164	0,0696	0,0532	0,0631	0,0467
670	0,0154	0,0535	0,0381	0,0489	0,0335
680	0,0144	0,0431	0,0287	0,0398	0,0254
690	0,0144	0,0390	0,0246	0,0361	0,0217
700	0,0142	0,0356	0,0214	0,0331	0,0189

Na Tabela A VIII 5 e na Tabela A VIII 6 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão/poliéster impregnadas como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

Tabela A VIII 5: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,1198	0,9051	0,7853	0,8313	0,7115
410	0,0934	0,8325	0,7391	0,7464	0,653
420	0,0816	0,7689	0,6873	0,6937	0,6121
430	0,0739	0,7514	0,6775	0,6563	0,5824
440	0,0686	0,7306	0,6620	0,6348	0,5662
450	0,0667	0,7551	0,6884	0,652	0,5853
460	0,0669	0,8371	0,7702	0,7231	0,6562
470	0,0719	0,9715	0,8996	0,8464	0,7745
480	0,0806	1,1895	1,1089	1,0500	0,9694
490	0,0943	1,4485	1,3542	1,2970	1,2027
500	0,1137	1,7642	1,6505	1,6017	1,4880
510	0,1352	2,0888	1,9536	1,9165	1,7813
520	0,1619	2,4267	2,2648	2,2462	2,0843
530	0,1902	2,7057	2,5155	2,5241	2,3339
540	0,2065	2,7736	2,5671	2,6030	2,3965
550	0,2092	2,7233	2,5141	2,5627	2,3535
560	0,2112	2,6959	2,4847	2,5445	2,3333
570	0,2161	2,6564	2,4403	2,5121	2,2960
580	0,2033	2,3439	2,1406	2,1967	1,99339
590	0,1570	1,7056	1,5486	1,5496	1,3926
600	0,0985	1,0271	0,9286	0,8809	0,7824
610	0,0568	0,5408	0,4840	0,4333	0,3765
620	0,03553	0,2669	0,2314	0,2045	0,16897
630	0,0248	0,1352	0,1104	0,1042	0,0794
640	0,0190	0,0760	0,0570	0,0600	0,0410
650	0,0163	0,0498	0,0335	0,0422	0,0259
660	0,0144	0,0368	0,0224	0,0326	0,0182
670	0,0135	0,0310	0,0175	0,0284	0,0149
680	0,0125	0,0269	0,0144	0,0252	0,0127
690	0,0124	0,0256	0,0132	0,0243	0,0119
700	0,0119	0,0242	0,0123	0,0232	0,0113

Tabela A VIII 6: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1198	0,9051	0,7853	0,8313	0,7115
410	0,0934	0,8325	0,7391	0,7464	0,6530
420	0,0816	0,7689	0,6873	0,6937	0,6121
430	0,0739	0,7514	0,6775	0,6563	0,5824
440	0,0686	0,7306	0,662	0,6348	0,5662
450	0,0667	0,7551	0,6884	0,6520	0,5853
460	0,0669	0,8371	0,7702	0,7231	0,6562
470	0,0719	0,9715	0,8996	0,8464	0,7745
480	0,0806	1,1895	1,1089	1,0500	0,9694
490	0,0943	1,4485	1,3542	1,2970	1,2027
500	0,1137	1,7642	1,6505	1,6017	1,4880
510	0,1352	2,0888	1,9536	1,9165	1,7813
520	0,1619	2,4267	2,2648	2,2462	2,0843
530	0,1902	2,7057	2,5155	2,5241	2,3339
540	0,2065	2,7736	2,5671	2,6030	2,3965
550	0,2092	2,7233	2,5141	2,5627	2,3535
560	0,2112	2,6959	2,4847	2,5445	2,3333
570	0,2161	2,6564	2,4403	2,5121	2,2960
580	0,2033	2,3439	2,1406	2,1967	1,99339
590	0,1570	1,7056	1,5486	1,5496	1,3926
600	0,0985	1,0271	0,9286	0,8809	0,7824
610	0,0568	0,5408	0,4840	0,4333	0,3765
620	0,0355	0,2669	0,2314	0,2045	0,1689
630	0,0248	0,1352	0,1104	0,1042	0,0794
640	0,0190	0,0760	0,0570	0,0600	0,0410
650	0,0163	0,0498	0,0335	0,0422	0,0259
660	0,0144	0,0368	0,0224	0,0326	0,0182
670	0,0135	0,0310	0,0175	0,0284	0,0149
680	0,0125	0,0269	0,0144	0,0252	0,0127
690	0,0124	0,0256	0,0132	0,0243	0,0119
700	0,0119	0,0242	0,0123	0,0232	0,0113

Na Tabela A VIII 7 e na Tabela A VIII 8 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão poliéster impregnadas com o agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

Tabela A VIII 7: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,2502	1,3677	1,1175	1,1600	0,9098
410	0,2144	1,2640	1,0496	1,0674	0,8530
420	0,1946	1,1983	1,0037	1,0093	0,8147
430	0,1800	1,1430	0,963	0,9603	0,7803
440	0,1701	1,1093	0,9392	0,9295	0,7594
450	0,1707	1,1520	0,9813	0,9647	0,7940
460	0,1837	1,2969	1,1132	1,0878	0,9041
470	0,2113	1,5350	1,3237	1,2956	1,0843
480	0,2613	1,9343	1,673	1,6486	1,3873
490	0,3274	2,4209	2,0935	2,0805	1,7531
500	0,4144	3,0280	2,6136	2,6314	2,2170
510	0,5076	3,6566	3,149	3,2130	2,7054
520	0,6133	4,3215	3,7082	3,8309	3,2176
530	0,7198	4,8553	4,1355	4,3390	3,6192
540	0,7608	4,9221	4,1613	4,4183	3,6575
550	0,7486	4,7423	3,9937	4,2497	3,5011
560	0,7449	4,6562	3,9113	4,1676	3,4227
570	0,7646	4,6035	3,8389	4,1293	3,3647
580	0,7103	4,0350	3,3247	3,6148	2,9045
590	0,5253	2,8464	2,3211	2,5126	1,9873
600	0,3069	1,6352	1,3283	1,4066	1,0997
610	0,1587	0,8216	0,6629	0,6850	0,5263
620	0,0833	0,3813	0,2980	0,3092	0,2259
630	0,0483	0,1756	0,1273	0,1411	0,0928
640	0,0300	0,0800	0,0500	0,0700	0,0400
650	0,0235	0,0499	0,0264	0,0423	0,0188
660	0,0185	0,0332	0,0147	0,0291	0,0106
670	0,0163	0,0262	0,0099	0,0236	0,0073
680	0,0142	0,0218	0,0076	0,0199	0,0057
690	0,0137	0,0250	0,0113	0,0189	0,0052
700	0,0131	0,0194	0,0063	0,01810	0,1679

Tabela A VIII 8: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1765	0,9403	0,7638	0,7029	0,5264
410	0,1477	0,8690	0,7213	0,6518	0,5041
420	0,1337	0,8246	0,6909	0,6241	0,4904
430	0,1233	0,7889	0,6656	0,6004	0,4771
440	0,1166	0,7701	0,6535	0,589	0,4724
450	0,1158	0,7985	0,6827	0,6084	0,4926
460	0,1218	0,8882	0,7664	0,6688	0,5470
470	0,1367	1,0331	0,8964	0,7661	0,6294
480	0,1635	1,2669	1,1034	0,9207	0,7572
490	0,2011	1,5375	1,3364	1,0993	0,8982
500	0,2512	1,8597	1,6085	1,3127	1,0615
510	0,3038	2,1803	1,8765	1,5239	1,2201
520	0,3650	2,5058	2,1408	1,7432	1,3782
530	0,4268	2,7697	2,3429	1,9268	1,5000
540	0,4489	2,8295	2,3806	1,9756	1,5267
550	0,4415	2,7695	2,3280	1,9424	1,5009
560	0,4420	2,7413	2,2993	1,9304	1,4884
570	0,4619	2,7263	2,2644	1,9306	1,4687
580	0,4281	4,4522	4,0241	1,7538	1,3257
590	0,3054	1,8287	1,5233	1,3347	1,0293
600	0,1674	1,1166	0,9492	0,8484	0,6810
610	0,0840	0,5841	0,5001	0,4735	0,3895
620	0,0471	0,2796	0,2325	0,2447	0,1976
630	0,0311	0,1346	0,1035	0,1266	0,0955
640	0,0200	0,0700	0,0500	0,0700	0,0500
650	0,0198	0,0446	0,0248	0,0467	0,0269
660	0,0174	0,3160	0,2986	0,0342	0,0168
670	0,0163	0,0262	0,0099	0,0291	0,0128
680	0,0150	0,0225	0,0075	0,0253	0,0103
690	0,0149	0,0214	0,0065	0,0238	0,0089
700	0,0146	0,0204	0,0058	0,0225	0,0079

Na Tabela A VIII 9 e na Tabela A VIII 10 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão/poliéster impregnadas com o agente ligante HMMM com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

Tabela A VIII 9: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas como agente ligante HMMM, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,1178	0,7475	0,6297	1,0387	0,9209
410	0,0924	0,6876	0,5952	0,9856	0,8932
420	0,0811	0,6511	0,5700	0,9564	0,8753
430	0,0734	0,6161	0,5427	0,9324	0,8590
440	0,0682	0,5962	0,528	0,9206	0,8524
450	0,0666	0,6321	0,5655	0,9523	0,8857
460	0,0677	0,7417	0,6740	1,0372	0,9695
470	0,0738	0,9242	0,8504	1,1691	1,0953
480	0,0843	1,2254	1,1411	1,3737	1,2894
490	0,1014	1,5842	1,4828	1,6084	1,5070
500	0,1239	2,0287	1,9048	1,8847	1,7608
510	0,1495	2,4929	2,3434	2,1605	2,0110
520	0,1805	2,9845	2,8040	2,4373	2,2568
530	0,2129	3,4178	3,2049	2,6520	2,4391
540	0,2306	3,5149	3,2843	2,6959	2,4653
550	0,2347	3,3921	3,1574	2,6348	2,4001
560	0,2373	3,7433	3,5060	2,5916	2,3543
570	0,2420	3,7585	3,5165	2,5621	2,3201
580	0,2220	3,3798	3,1578	2,3321	2,1101
590	0,1642	2,4628	2,2986	1,8317	1,6675
600	0,0973	1,4991	1,4018	1,2515	1,1542
610	0,0529	0,8303	0,7774	0,7772	0,7243
620	0,0315	0,4252	0,3937	0,4507	0,4192
630	0,0217	0,1878	0,1661	0,0251	0,00344
640	0,0130	0,1500	0,1370	0,0140	0,0010
650	0,0137	0,0894	0,0757	0,0857	0,0720
660	0,0121	0,0568	0,0447	0,0579	0,0458
670	0,0115	0,0419	0,0304	0,0450	0,0335
680	0,0107	0,0331	0,0224	0,0366	0,0259
690	0,0105	0,0270	0,0165	0,0331	0,0226
700	0,0102	0,0271	0,0169	0,0302	0,0200

Tabela A VIII 10: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas como agente ligante HMMM com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1189	1,1583	1,0394	1,3742	1,2553
410	0,0894	1,1077	1,0183	1,3122	1,2228
420	0,0771	1,0825	1,0054	1,2843	1,2072
430	0,0705	1,0638	0,9933	1,2651	1,1946
440	0,0662	1,0551	0,9889	1,2566	1,1904
450	0,0651	1,0926	1,0275	1,3051	1,2400
460	0,0660	1,1844	1,1184	1,4187	1,3527
470	0,0714	1,3273	1,2559	1,5897	1,5183
480	0,0799	1,5442	1,4643	1,8464	1,7665
490	0,0939	1,7921	1,6982	2,1302	2,0363
500	0,1133	2,0797	1,9664	2,4538	2,3405
510	0,1344	2,3556	2,2212	2,7530	2,6186
520	0,1615	2,6283	2,4668	3,0417	2,8802
530	0,1900	2,8408	2,6508	3,2557	3,0657
540	0,2036	2,8855	2,6819	3,2978	3,0942
550	0,2037	2,8281	2,6244	3,2398	3,0361
560	0,2068	2,7883	2,5815	3,1974	2,9906
570	0,2120	2,7674	2,5554	3,1701	2,9581
580	0,1907	2,5553	2,3646	2,9403	2,7496
590	0,1311	2,0660	1,9349	2,4117	2,2806
600	0,0725	1,4644	1,3919	1,7331	1,6606
610	0,0407	0,9507	0,9100	1,1214	1,0807
620	0,0278	0,5862	0,5584	0,6729	0,6451
630	0,0222	0,3479	0,3257	0,3831	0,3609
640	0,0190	0,2040	0,1850	0,2150	0,1960
650	0,0174	0,1244	0,1070	0,1270	0,1096
660	0,0163	0,0826	0,0663	0,0824	0,0661
670	0,0161	0,0623	0,0462	0,0613	0,0452
680	0,0156	0,0494	0,0338	0,0483	0,0327
690	0,0156	0,0443	0,0287	0,0431	0,0275
700	0,0154	0,0399	0,0245	0,0388	0,0234

Na Tabela A VIII 11 e na Tabela A VIII 12 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão poliéster impregnadas com o agente ligante HMMM com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

Tabela A VIII 11: Valores K/S registados das amostras 100% CO impregnadas com o agente ligante HMMM, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,3947	1,2475	0,8528	1,3218	0,9271
410	0,3571	1,1876	0,8305	1,2533	0,8962
420	0,3337	1,1511	0,8174	1,2129	0,8792
430	0,3126	1,1161	0,8035	1,1763	0,8637
440	0,3001	1,0962	0,7961	1,1554	0,8553
450	0,3078	1,1321	0,8243	1,1922	0,8844
460	0,3455	1,2417	0,8962	1,3092	0,9637
470	0,4140	1,4242	1,0102	1,5007	1,0867
480	0,5302	1,7254	1,1952	1,8127	1,2825
490	0,6804	2,0842	1,4038	2,1757	1,4953
500	0,8751	2,5287	1,6536	2,6118	1,7367
510	1,0831	2,9929	1,9098	3,0547	1,9716
520	1,3224	3,4845	2,1621	3,5140	2,1916
530	1,5607	3,9178	2,3571	3,8995	2,3388
540	1,6384	4,0149	2,3765	3,9780	2,3396
550	1,5953	3,8921	2,2968	3,8579	2,2626
560	1,5937	3,8433	2,2496	3,7983	2,2046
570	1,6502	3,8585	2,2083	3,7997	2,1495
580	1,4973	3,4798	1,9825	3,4531	1,9558
590	1,0235	2,5628	1,5393	2,6169	1,5934
600	0,5359	1,5991	1,0632	1,6808	1,1449
610	0,2413	0,9303	0,6890	0,9730	0,7317
620	0,1066	0,5252	0,4186	0,5232	0,4166
630	0,0530	0,2878	0,2348	0,2697	0,2167
640	0,0300	0,1500	0,1200	0,1400	0,1100
650	0,0216	0,0894	0,0678	0,0802	0,0586
660	0,0171	0,0568	0,0397	0,0521	0,0350
670	0,0148	0,0419	0,0271	0,0395	0,0247
680	0,0131	0,0331	0,0200	0,0320	0,0189
690	0,0127	0,0270	0,0143	0,0291	0,0164
700	0,0121	0,0271	0,0150	0,0269	0,0148

Tabela A VIII 12: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES impregnadas com o agente ligante HMMM com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,3002	0,9800	0,6798	1,5258	1,2256
410	0,2649	0,9334	0,6685	1,4595	1,1946
420	0,2458	0,9104	0,6646	1,4234	1,1776
430	0,2317	0,8904	0,6587	1,3968	1,1651
440	0,2242	0,8805	0,6563	1,3840	1,1598
450	0,2302	0,9106	0,6804	1,4376	1,2074
460	0,2558	0,9905	0,7347	1,5760	1,3202
470	0,3021	1,1137	0,8116	1,7850	1,4829
480	0,3781	1,3081	0,9300	2,1059	1,7278
490	0,4733	1,5307	1,0574	2,4640	1,9907
500	0,5931	1,7963	1,2032	2,8760	2,2829
510	0,7159	2,0560	1,3401	3,2627	2,5468
520	0,8525	2,3244	1,4719	3,6388	2,7863
530	0,9836	2,5429	1,5593	3,9279	2,9443
540	1,0288	2,5926	1,5638	3,9812	2,9524
550	1,0114	2,5336	1,5222	3,8950	2,8836
560	1,0127	2,5025	1,4898	0,8468	-0,1659
570	1,0425	2,5045	1,4620	3,8386	2,7961
580	0,9569	2,3193	1,3624	3,5626	2,6057
590	0,6835	1,8438	1,1603	2,8682	2,1847
600	0,3749	1,2704	0,8955	1,9879	1,6130
610	0,1736	0,8005	0,6269	1,2287	1,0551
620	0,0795	0,4763	0,3968	0,6972	0,6177
630	0,0419	0,2719	0,2300	0,3734	0,3315
640	0,0260	0,1500	0,1240	0,1900	0,1640
650	0,0201	0,0930	0,0729	0,1125	0,0924
660	0,0169	0,0617	0,0448	0,0709	0,0540
670	0,0156	0,0474	0,0318	0,0522	0,0366
680	0,0145	0,0384	0,0239	0,0411	0,0266
690	0,0144	0,0349	0,0205	0,0368	0,0224
700	0,0142	0,0321	0,0179	0,0333	0,0191

Na Tabela A VIII 13 e na Tabela A VIII 14 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão/poliéster de esgotamento com o agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

Tabela A VIII 13: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,1246	0,2930	0,1684	0,1782	0,0536
410	0,0976	0,2533	0,1557	0,1488	0,0512
420	0,0855	0,2334	0,1479	0,1343	0,0488
430	0,0776	0,2201	0,1425	0,1250	0,0474
440	0,0723	0,2122	0,1399	0,1196	0,0473
450	0,0703	0,2153	0,1450	0,1200	0,0497
460	0,0703	0,2308	0,1605	0,1261	0,0558
470	0,0754	0,2615	0,1861	0,1422	0,0668
480	0,0842	0,3140	0,2298	0,1687	0,0845
490	0,9790	0,3808	-0,5982	0,2050	-0,7740
500	0,1175	0,4673	0,3498	0,2535	0,1360
510	0,1389	0,5575	0,4186	0,3048	0,1659
520	0,1654	0,6532	0,4878	0,3617	0,1963
530	0,1935	0,7354	0,5419	0,4138	0,2203
540	0,2094	0,7577	0,5483	0,4306	0,2212
550	0,2119	0,7397	0,5278	0,4238	0,2119
560	0,2132	0,7267	0,5135	0,4200	0,2068
570	0,2171	0,7184	0,5013	0,4203	0,2032
580	0,2045	0,6350	0,4305	0,3732	0,1687
590	0,1604	0,4546	0,2942	0,2636	0,1032
600	0,1028	0,2657	0,1629	0,1497	0,0469
610	0,0603	0,1418	0,0815	0,0793	0,0190
620	0,0375	0,0788	0,0413	0,0461	0,0086
630	0,0262	0,0496	0,0234	0,0307	0,0045
640	0,0200	0,0350	0,0150	0,0230	0,0030
650	0,0171	0,0274	0,0103	0,0191	0,0020
660	0,0151	0,0225	0,0074	0,0166	0,0015
670	0,0141	0,0203	0,0062	0,0154	0,0013
680	0,0130	0,0181	0,0051	0,0141	0,0011
690	0,0129	0,0175	0,0046	0,0139	0,0010
700	0,0125	0,0168	0,0043	0,0135	0,0010

Tabela A VIII 14: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1410	0,3463	0,2053	0,2341	0,0931
410	0,1139	0,3106	0,1967	0,2001	0,0862
420	0,1010	0,2930	0,1920	0,1836	0,0826
430	0,0932	0,2799	0,1867	0,1735	0,0803
440	0,0877	0,2725	0,1848	0,1678	0,0801
450	0,0857	0,2783	0,1926	0,1630	0,0773
460	0,0857	0,2980	0,2123	0,1784	0,0927
470	0,0910	0,3347	0,2437	0,1978	0,1068
480	0,0997	0,3957	0,2960	0,2312	0,1315
490	0,1132	0,4720	0,3588	0,2744	0,1612
500	0,1325	0,5676	0,4351	0,3299	0,1974
510	0,1535	0,6658	0,5123	0,3866	0,2331
520	0,1788	0,7669	0,5881	0,4466	0,2678
530	0,2034	0,8491	0,6457	0,4965	0,2931
540	0,2127	0,8659	0,6532	0,5083	0,2956
550	0,2101	0,8414	0,6313	0,4948	0,2847
560	0,2089	0,8226	0,6137	0,4863	0,2774
570	0,2090	0,8107	0,6017	0,4798	0,2708
580	0,1882	0,7251	0,5369	0,424	0,2358
590	0,1390	0,5393	0,4003	0,3082	0,1692
600	0,0869	0,3345	0,2476	0,1864	0,0995
610	0,0535	0,1891	0,1356	0,1058	0,0523
620	0,0368	0,1095	0,0727	0,0645	0,0277
630	0,0283	0,0701	0,0418	0,0443	0,0160
640	0,0230	0,0490	0,0260	0,0300	0,0070
650	0,0208	0,0393	0,0185	0,0282	0,0074
660	0,0186	0,0325	0,0139	0,0243	0,0057
670	0,0180	0,0294	0,0114	0,0229	0,0049
680	0,0170	0,0264	0,0094	0,0213	0,0043
690	0,0169	0,0255	0,0086	0,0206	0,0037
700	0,0165	0,0245	0,008	0,0198	0,0033

Na Tabela A VIII 15 e na Tabela A VIII 16 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão poliéster de esgotamento como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

Tabela A VIII 15: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante etanedial, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,2239	0,3147	0,0908	0,2841	0,0602
410	0,1877	0,2816	0,0939	0,2440	0,0563
420	0,1698	0,2637	0,0939	0,2233	0,0535
430	0,1560	0,2491	0,0931	0,2078	0,0518
440	0,1473	0,2407	0,0934	0,1984	0,0511
450	0,1467	0,2452	0,0985	0,2008	0,0541
460	0,1578	0,2678	0,1100	0,1880	0,0302
470	0,1817	0,3087	0,1270	0,2550	0,0733
480	0,2252	0,3782	0,1530	0,3190	0,0938
490	0,2841	0,4652	0,1811	0,4027	0,1186
500	0,3615	0,5724	0,2109	0,5108	0,1493
510	0,4462	0,6845	0,2383	0,6260	0,1798
520	0,5432	0,0640	-0,4792	0,7544	0,2112
530	0,6401	0,9188	0,2787	0,8757	0,2356
540	0,6803	0,9527	0,2724	0,9134	0,2331
550	0,6709	0,9279	0,2570	0,8898	0,2189
560	0,6676	0,9188	0,2512	0,8820	0,2144
570	0,6878	0,9343	0,2465	0,8973	0,2095
580	0,6402	0,8581	0,2179	0,8135	0,1733
590	0,4708	0,6305	0,1597	0,5721	0,1013
600	0,2717	0,3719	0,1002	0,3125	0,0408
610	0,1392	0,1945	0,0553	0,1513	0,0121
620	0,0726	0,1013	0,0287	0,0757	0,0031
630	0,0423	0,0575	0,0152	0,0432	0,0009
640	0,0200	0,0300	0,0100	0,0280	0,0080
650	0,0210	0,0268	0,0058	0,0213	0,0003
660	0,0170	0,0210	0,0040	0,0173	0,0003
670	0,0148	0,0182	0,0034	0,0153	0,0005
680	0,0129	0,0157	0,0028	0,0134	0,0005
690	0,0125	0,0149	0,0024	0,0130	0,0005
700	0,0121	0,0144	0,0023	0,0127	0,0006

Tabela A VIII 16: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante etanedial com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,2069	0,5462	0,3393	0,3856	0,1787
410	0,1756	0,5076	0,3320	0,3509	0,1753
420	0,1601	0,489	0,3289	0,3333	0,1732
430	0,1488	0,4746	0,3258	0,3200	0,1712
440	0,1418	0,4677	0,3259	0,3142	0,1724
450	0,1413	0,4805	0,3392	0,3223	0,1810
460	0,1505	0,5223	0,3718	0,3522	0,2017
470	0,1708	0,5901	0,4193	0,4029	0,2321
480	0,2070	0,7026	0,4956	0,4866	0,2796
490	0,2561	0,8373	0,5812	0,5883	0,3322
500	0,3204	1,0015	0,6811	0,7139	0,3935
510	0,3888	1,1686	0,7798	0,8421	0,4533
520	0,4668	1,3395	0,8727	0,9767	0,5099
530	0,0547	1,4821	1,4274	1,0930	1,0383
540	0,5710	1,5141	0,9431	1,1229	0,5519
550	0,5600	1,4687	0,9087	1,0926	0,5326
560	0,5596	1,4385	0,8789	1,0755	0,5159
570	0,5578	1,4381	0,8803	1,0830	0,5252
580	0,5339	1,3238	0,7899	0,9917	0,4578
590	0,3824	1,0235	0,6411	0,7451	0,3627
600	0,2128	0,6676	0,4548	0,4601	0,2473
610	0,1078	0,3956	0,2878	0,2539	0,1461
620	0,0592	0,2280	0,1688	0,1389	0,0797
630	0,0375	0,1357	0,0982	0,0820	0,0445
640	0,0250	0,0800	0,0600	0,0500	0,0300
650	0,0222	0,0624	0,0402	0,0403	0,0181
660	0,0189	0,0477	0,0288	0,0323	0,0134
670	0,0176	0,0400	0,0224	0,0288	0,0112
680	0,0159	0,0338	0,0179	0,0254	0,0095
690	0,0155	0,0314	0,0159	0,0240	0,0085
700	0,0151	0,0295	0,0144	0,0229	0,0078

Na Tabela A VIII 17 e na Tabela A VIII 18 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão/poliéster de esgotamento com o agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

Tabela A VIII 17: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,8619	0,9062	0,0443	0,5375	-0,3244
410	0,7994	0,8415	0,0421	0,4894	-0,3100
420	0,7667	0,7988	0,0321	0,4640	-0,3027
430	0,7408	0,7641	0,0233	0,4444	-0,2964
440	0,7265	0,7425	0,0160	0,4330	-0,2935
450	0,7425	0,7621	0,0196	0,4437	-0,2988
460	0,7969	0,8409	0,0440	0,4831	-0,3138
470	0,8918	0,9793	0,0875	0,5529	-0,3389
480	1,0460	1,2149	0,1689	0,6685	-0,3775
490	1,2381	1,5122	0,2741	0,8120	-0,4261
500	1,4913	1,9064	0,4151	0,9964	-0,4949
510	1,7579	2,3268	0,5689	1,1883	-0,5696
520	2,0354	2,7786	0,7432	1,3890	-0,6464
530	2,2851	3,1953	0,9102	1,5679	-0,7172
540	2,3771	3,3323	0,9552	1,6258	-0,7513
550	2,3326	3,2517	0,9191	1,5900	-0,7426
560	2,2680	3,1777	0,9097	1,5560	-0,7120
570	2,2372	3,1710	0,9338	1,5446	-0,6926
580	2,0542	2,8712	0,8170	1,4022	-0,6520
590	1,6174	2,1027	0,4853	1,0554	-0,5620
600	1,0827	1,2372	0,1545	0,6505	-0,4322
610	0,6548	0,6363	-0,0185	0,3510	-0,3038
620	0,3839	0,3118	-0,0721	0,1825	-0,2014
630	0,2315	0,1584	-0,0731	0,1005	-0,1310
640	0,1480	0,0880	-0,0600	0,0600	-0,0880
650	0,1025	0,0563	-0,0462	0,0424	-0,0601
660	0,0753	0,0398	-0,0355	0,0318	-0,0435
670	0,0603	0,0320	-0,0283	0,0267	-0,0336
680	0,0490	0,0266	-0,0224	0,0228	-0,0262
690	0,0441	0,0245	-0,0196	0,0213	-0,0228
700	0,0395	0,0225	-0,0170	0,0198	-0,0197

Tabela A VIII 18: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 0 (zero) ciclos de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1660	1,7290	1,5630	0,4153	0,2493
410	0,1376	1,6425	1,5049	0,3760	0,2384
420	0,1254	1,5921	1,4667	0,3551	0,2297
430	0,1172	1,5503	1,4331	0,3411	0,2239
440	0,1122	1,5238	1,4116	0,3337	0,2215
450	0,1115	1,5683	1,4568	0,3430	0,2315
460	0,1147	1,7148	1,6001	0,3731	0,2584
470	0,1247	1,9534	1,8287	0,4285	0,3038
480	0,1414	2,3350	2,1936	0,5185	0,3771
490	0,1652	2,7819	2,6167	0,2950	0,1298
500	0,1971	3,3220	3,1249	0,7662	0,5691
510	0,2304	3,8350	3,6046	0,9019	0,6715
520	0,2685	4,3150	4,0465	1,0415	0,7730
530	0,3026	4,6880	4,3854	1,1518	0,8492
540	0,3125	4,7935	4,481	1,1698	0,8573
550	0,3046	4,7083	4,4037	1,1303	0,8257
560	0,2996	4,61132	4,3117	1,1035	0,8039
570	0,2986	4,5824	4,2838	1,0911	0,7925
580	0,2679	4,3102	4,0423	0,9768	0,7089
590	0,1947	3,5587	3,3640	0,7211	0,5264
600	0,1179	2,4670	2,3491	0,4354	0,3175
610	0,0691	1,4805	1,4114	0,2318	0,1627
620	0,0452	3,8241	3,7789	0,1228	0,0776
630	0,0332	4,5250	4,4918	0,0718	0,0386
640	0,0260	0,2500	0,2300	0,0400	0,0200
650	0,0236	0,1551	0,1315	0,0362	0,0126
660	0,0210	0,1035	0,0825	0,2950	0,2740
670	0,0202	0,0775	0,0573	0,0265	0,0063
680	0,0190	0,0608	0,0418	0,0238	0,0048
690	0,0189	0,0530	0,0341	0,0230	0,0041
700	0,0185	0,0480	0,0295	0,0222	0,0037

Nas Tabela A VIII 19 e na Tabela A VIII 20 estão representados os valores de K/S registados das amostras de algodão e algodão poliéster de esgotamento como agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

Tabela A VIII 19: Valores K/S registados das amostras 100% CO de esgotamento com o agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S , t = 1 h	$\Delta K/S$	K/S , t = 24 h	$\Delta K/S$
400	0,8833	0,9823	0,0990	0,5948	-0,2885
410	0,8217	0,9154	0,0937	0,5500	-0,2717
420	0,7872	0,8734	0,0862	0,5231	-0,2641
430	0,7574	0,8344	0,0770	0,5010	-0,2564
440	0,7396	0,8101	0,0705	0,4874	-0,2522
450	0,7557	0,8317	0,0760	0,5008	-0,2549
460	0,8190	0,9209	0,1019	0,5533	-0,2657
470	0,9357	1,0739	0,1382	0,6433	-0,2924
480	1,1295	1,3374	0,2079	0,7981	-0,3314
490	1,3734	1,6721	0,2987	0,9907	-0,3827
500	1,6992	2,1213	0,4221	1,2439	-0,4553
510	2,0525	2,6085	0,5560	1,5124	-0,5401
520	2,4345	3,1446	0,71011	1,8057	-0,6288
530	2,7911	3,6562	0,8651	2,0806	-0,7105
540	2,9149	3,8217	0,9068	2,1632	-0,7517
550	2,8406	3,7035	0,8629	2,0946	-0,7460
560	2,7670	3,6147	0,8477	2,0498	-0,7172
570	2,7634	3,6322	0,8688	2,0650	-0,6984
580	2,5419	3,3171	0,7752	1,8837	-0,6582
590	1,9355	2,4232	0,4877	1,3769	-0,5586
600	1,2242	1,4235	0,1993	0,8091	-0,4151
610	0,7019	0,7408	0,0389	0,4179	-0,2840
620	0,3921	0,3669	-0,0252	0,2071	-0,1850
630	0,2255	0,1842	-0,0413	0,1075	-0,1180
640	0,1300	0,0990	-0,0310	0,0620	-0,0680
650	0,0918	0,0603	-0,0315	0,0416	-0,0502
660	0,0654	0,0409	-0,0245	0,0306	-0,0348
670	0,0512	0,0320	-0,0192	0,0256	-0,0256
680	0,0411	0,0260	-0,0151	0,0217	-0,0194
690	0,0366	0,0238	-0,0128	0,0205	-0,0161
700	0,0329	0,0221	-0,0108	0,0194	-0,0135

Tabela A VIII 20: Valores K/S registados das amostras 50% CO / 50% PES de esgotamento como agente ligante sal de PA, com o quitosano solubilizado em 1 e 24 horas e com 1 ciclo de lavagem.

λ (nm)	K/S (amostra de controlo)	K/S, t = 1 h	Δ K/S	K/S, t = 24 h	Δ K/S
400	0,1861	1,2877	1,1016	0,5381	0,352
410	0,1561	1,2142	1,0581	0,4957	0,3396
420	0,1417	1,1704	1,0287	0,4546	0,3129
430	0,1311	1,1320	1,0009	0,4455	0,3144
440	0,1245	1,1067	0,9822	0,44579	0,32129
450	0,1243	1,1372	1,0129	0,5026	0,3783
460	0,1315	1,2518	1,1203	0,5776	0,4461
470	0,1494	1,4454	1,2960	0,7043	0,5549
480	0,1803	1,7660	1,5857	0,7043	0,5240
490	0,2229	2,1565	1,9336	0,8565	0,6336
500	0,2793	2,6540	2,3747	1,0424	0,7631
510	0,3388	3,1543	2,8155	1,2302	0,8914
520	0,4069	3,6539	3,2470	1,4283	1,0214
530	0,4759	4,0947	3,6188	1,5991	1,1232
540	0,5003	4,2392	3,7389	1,639	1,1387
550	0,4910	4,1597	3,6687	1,5897	1,0987
560	0,4921	4,0803	3,5882	1,5626	1,0705
570	0,5098	4,0897	3,5799	1,5715	1,0617
580	0,4712	3,8200	3,3488	1,4440	0,9728
590	0,3378	3,0006	2,6628	1,0934	0,7556
600	0,1882	1,9146	1,7264	0,6776	0,4894
610	0,0963	1,0604	0,9641	0,3970	0,3007
620	0,0542	0,5544	0,5002	0,1935	0,1393
630	0,0354	0,2924	0,2570	0,1064	0,0710
640	0,0260	0,1600	0,1340	0,0650	0,0390
650	0,0218	0,1017	0,0799	0,0460	0,0242
660	0,0187	0,0696	0,0509	0,0354	0,0167
670	0,0175	0,0538	0,0363	0,0305	0,0130
680	0,0160	0,0430	0,0270	0,0266	0,0106
690	0,0159	0,0392	0,0233	0,0254	0,0095
700	0,0155	0,0357	0,0202	0,0243	0,0088

VIII – Seleção de Amostras por Métodos Qualitativos

Tabela A VIII 21: Tabela resumo de amostras quimicamente funcionalizadas com apreciação de desempenho positivo nos ensaios de métodos qualitativos.

Processo	Agente Ligante	Lavagens		Difusão em Agar		Tingimento com corante reativo	
				0	1	0	1
Impregnação	HMMM	Algodão	1 h			+	+
			24 h		+	+	+
			AC		+		
		Algodão/Poliéster	1 h			+	+
			24 h	+		+	+
			AC	+			
	DMeDHE U	Algodão	1 h		+	+	+
			24 h			+	+
			AC				
		Algodão/Poliéster	1 h			+	+
			24 h			+	+
			AC				
	Etanedial	Algodão	1 h			+	+
			24 h			+	+
			AC				
		Algodão/Poliéster	1 h			+	+
			24 h			+	+
			AC	+			
Esgotamento	Etanedial	Algodão	1 h	+		+	+
			24 h	+	+	+	+
			AC				
		Algodão/Poliéster	1 h				
			24 h				
			AC				
	Sal de PA	Algodão	1 h	+			
			24 h				
			AC				
		Algodão/Poliéster	1 h				
			24 h		+		
			AC				

As linhas sombreadas representam as amostras eliminadas nos ensaios dos métodos qualitativos, sendo as restantes as amostras selecionadas para a avaliação quantitativa.


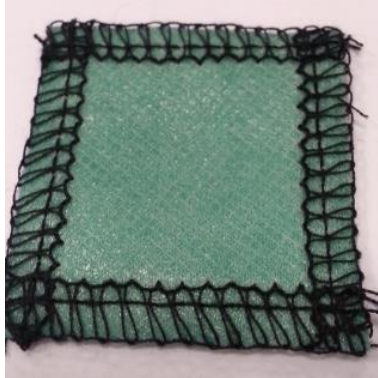




VIII – Laminagem

Na Tabela A VIII 22 encontram-se os parâmetros utilizados nos ensaios de laminagem assim como os resultados obtidos da avaliação subjetiva de adesividade aparente.

Tabela A VIII 22: Ensaios de adesividade. Resultados: (+) com adesão aparente, (-) sem adesão aparente.

Adesivos	Condições de laminagem					
	140 °C, 10 s, 3 bar	120 °C, 40 s, 2 bar	150 °C, 20 s, 4 bar	135 °C, 20 s, 4 bar	130 °C, 30 s, 4 bar	125°C, 30 s, 4 bar
3x9E24	+	+	+	+	+	+
CZ8D25	+	+	+	+	+	+
ZZ 902	-	-	+	+	+	+
Pin Dot 240-06	-	-	-	-	-	-
3B8D20	-	-	-	-	-	-
ABO 002	-	-	-	-	-	-
ABO 001	-	-	-	-	-	-

Tabela A VIII 23: Amostras trilaminada com filme de quitosano com 0 (zero), 5 e 10 ciclos de lavagem.

0 (zero) Ciclos de Lavagem	
Frente	Verso
	
5 Ciclos de Lavagem	
Frente	Verso
	
10 Ciclos de Lavagem	
Frente	Verso
	

Anexo IX – Outros Trabalhos Realizados

IX – Tingimento da Malha de PES – Verde

Para realizar o tingimento da malha de poliéster recorre-se ao processo de tingimento muito semelhante ao processo de esgotamento. De seguida apresentam-se as condições de operação e equipamentos utilizados.

Após o processo de tingimento a malha é submetida a um processo de ramulagem para conferir estabilidade dimensional.

Equipamento utilizado: Máquina de tingimento Tecninox

Volume de solução de tingimento: 50 l

pH da solução de tingimento: 4,5 - 5

Composição da solução de tingimento: - 1 g/l Acetato de sódio

- 1 g/l Persoftal L

- 0,5 g/l Avolan IS

- 0,051% (1,88 g) Dianix Amarelo S-4G

- 0,27% (9,99 g) Dianix Vermelho S-BB

- 0,023% (0,851 g) Dianix Azul K-FBL

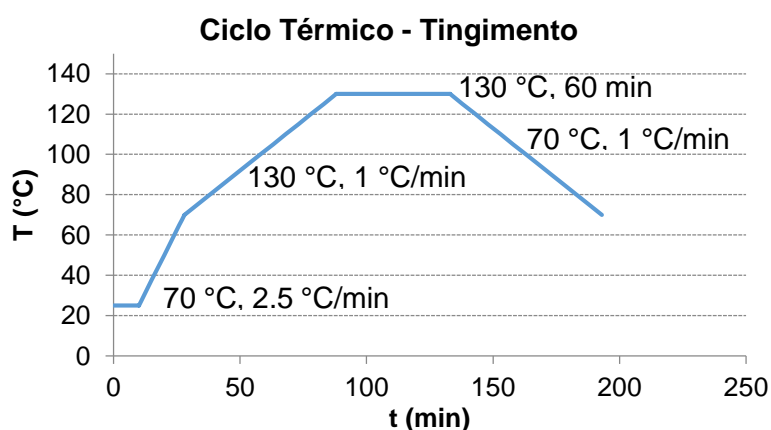


Figura A IX 1: Ciclo térmico do processo de tingimento da malha de PES para a cor verde.

Processo de Ramulagem

Equipamento: Ramula Unitech Stender

Condições: 170 °C, 3 – 5 min.

IX –Tingimento da Malha de PES – Azul

Para realizar o tingimento da malha de poliéster recorre-se ao processo de tingimento muito semelhante ao processo de esgotamento. De seguida apresentam-se as condições de operação e equipamentos utilizados.

Após o processo de tingimento a malha é submetida a um processo de ramulagem para conferir estabilidade dimensional.

Equipamento utilizado: Máquina de tingimento Tecninox

Volume de solução de tingimento: 50 l

pH da solução de tingimento: 4,5 - 5

Composição da solução de tingimento: - 1 g/l Acetato de sódio

- 1 g/l Persoftal L

- 0,5 g/l Avolan IS

- 0,006% Dianix Amarelo S-4G

- 0,0015% Dianix Turquesa S-2B

- 0,0325% Dianix Azul K-FBL

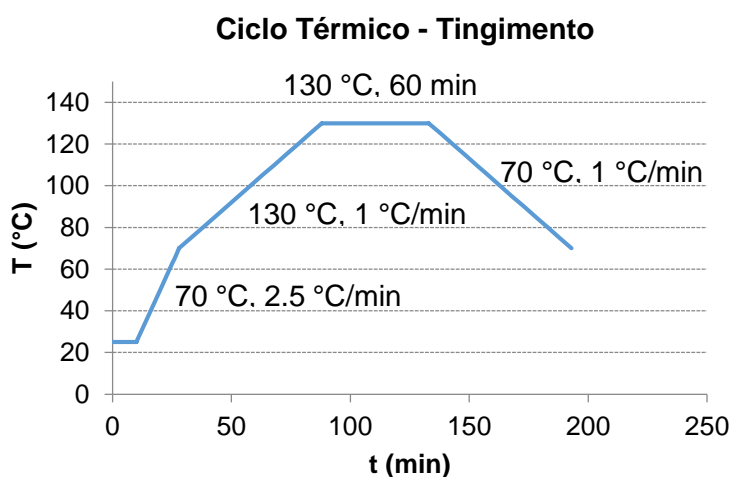


Figura A IX 2: Ciclo térmico do processo de tingimento da malha de PES para a cor azul.

Processo de Ramulagem

Equipamento: Ramula Unitech Stender

Condições: 170 °C, 3 – 5 min.

IX – Acabamento de Repelência a Líquidos

Processo realizado por impregnação.

Equipamento utilizado: Foulard Mathis

Composição do banho de impregnação: - 20 g Baygard Clean

- 60 g Baygard Easy

Condições de impregnação: $v = 2,5$ m/min; $P = 1$ bar; % Retenção de banho = 75%

Equipamento de secagem e termofixação: RoqFunnel infradryer T3080E, S,ROQUE

Condições de secagem: $T = 120$ °C

Condições de termofixação: $T = 150$ °C, 4s, 3 passagens.

Anexo X – Construção de Protótipos

Neste anexo encontram-se imagens do processo de confecção da bata cirúrgica desenvolvida neste projeto.

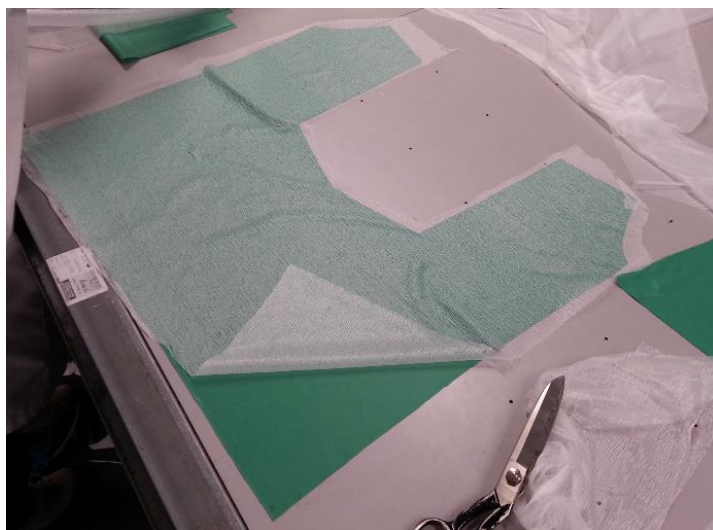


Figura A X 1: Fase inicial do processo de laminagem da zona crítica frontal – estratificação dos materiais.



Figura A X 2: Estratificação completa dos materiais a laminar.



Figura A X 3: Painéis frontais trilaminados para proteção na zona crítica frontal da bata.



Figura A X 4: Painéis trilaminados para a zona crítica da manga.

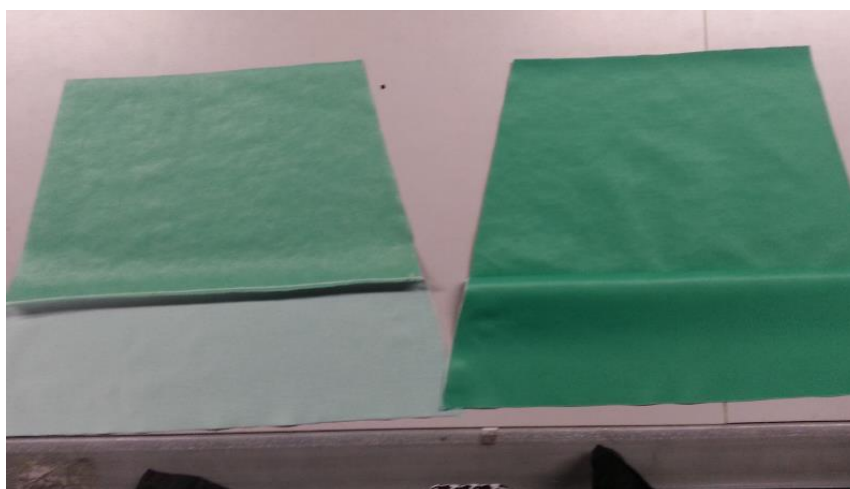


Figura A X 5: Painéis trilaminados utilizados na construção das mangas.



Figura A X 6: União dos painéis trilaminados ao restante material da bata – Costuras seladas para impermeabilização.



Figura A X 7: Protótipo da bata cirúrgica reutilizável com destaque das zonas críticas confeccionadas com estruturas têxteis trilaminadas com filme de quitosano.



Figura A X 8: Bata cirúrgica reutilizável e antimicrobiana e lençol antimicrobiano desenvolvidos neste projeto.